



SKRIPSI – TK 141581

**PEMBUATAN BODIESEL DARI MIKROALGA *Chlorella*
sp. DENGAN METODE *MICROWAVE-ASSISTED*
TRANSESTERIFICATION SECARA *IN SITU***

Oleh:

Renova Panjaitan

NRP. 23 13 100 048

Wa Ode Maryani Asrim

NRP. 23 13 100 126

Dosen Pembimbing:

Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T

NIP. 1976 09 28 2003 12 2002

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



FINAL PROJECT – TK 141581

**PRODUCTION OF BIODIESEL FROM *MICROALGAE*
Chlorella sp. WITH *MICROWAVE-ASSISTED*
*TRANSESTERIFICATION IN SITU METHOD***

By:

Renova Panjaitan

NRP. 23 13 100 048

Wa Ode Maryani Asrim

NRP. 2313 100 126

Academic Advisor:

Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T

NIP. 1976 09 28 2003 12 2002

**CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT
INDUSTRIAL TECHNOLOGY FACULTY
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN

PEMBUATAN BIODIESEL DARI MIKROALGA *Chlorella* *sp.* DENGAN METODE *MICROWAVE-ASSISTED* *TRANSESTERIFICATION* SECARA *IN SITU*

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Departemen Teknik
Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:

Renova Panjaitan

NRP 2313 100 048

Wa Ode Maryani Asrim

NRP 2313 100 126

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

1. Dr. Lailatul Qadariah, S.T., M.T. (Pembimbing 1)
2. Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA. (Penguji I)
3. Orchidea Rachmania, S.T., M.T (Penguji II)
4. Donny Satria Bhuna, S.T., M.Eng (Penguji III)

Surabaya
Juli, 2017



**PEMBUATAN BIODIESEL DARI MIKROALGA *Chlorella*
sp. DENGAN METODE MICROWAVE-ASSISTED
TRANSESTERIFIKATION SECARA *IN SITU***

Nama/NRP :1. Renova Panjaitan /23 13 100 048
2. Wa Ode Maryani Asrim /23 13 100 126

Departemen : Teknik Kimia FTI-ITS
Dosen Pembimbing : Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T

ABSTRAK

Mikroalga merupakan salah satu sumber alam yang berpotensi dalam pembuatan biodiesel karena mengandung minyak yang cukup tinggi. Mikroalga merupakan organisme tercepat dalam fotosintesis sehingga memiliki produktivitas yang tinggi. Dalam penelitian ini, jenis mikroalga yang digunakan yaitu *Chlorella sp.* yang mengandung minyak hingga 28-32% dari berat keringnya. Tujuan dari penelitian ini yaitu mempelajari pengaruh variasi biomassa:pelarut, kosentrasi katalis, daya *microwave*, waktu reaksi dan penambahan *co-solvent* terhadap *yield* biodiesel yang dihasilkan, mengetahui kondisi operasi optimum pada proses pembuatan biodiesel serta mengetahui komponen dan karakteristik dari produk biodiesel yang dihasilkan. Adapun variabel yang digunakan pada penelitian ini adalah variabel biomassa:pelarut yaitu 1:5, 1:10, 1:15 dan 1:30 (wt/v), kosentrasi katalis H₂SO₄ sebesar 0,2; 0,35; 0,5M; daya *microwave* 300; 450; 600 watt dan waktu reaksi 30; 60; 90; 120 menit. Metode yang pertama dilakukan adalah mengekstrak kandungan minyak mikroalga menggunakan *microwave* dengan pelarut heksana:metanol (3:2). Hasil ekstraksi minyak dianalisis dengan pengujian GC-MS. *Yield* ekstraksi minyak mikroalga juga digunakan sebagai acuan dalam penentuan *yield* biodiesel. Setelah itu, melakukan transesterifikasi *in situ* dengan dan tanpa penambahan *co-solvent* menggunakan *microwave* untuk memperoleh *crude* biodiesel. Proses ini

berlangsung dalam labu leher dua dengan perbandingan berat bubuk mikroalga: volume pelarut yaitu 1:15 (rasio terbaik) dan dengan variabel konsentrasi, daya *microwave* dan waktu reaksi yang telah ditentukan. Setelah proses transesterifikasi berlangsung, endapan disaring dengan filter vakum, residu kemudian dicuci dengan metanol-heksana (1:1) 30 ml sebanyak 3 kali. Kemudian, filtrat ditambahkan heksana dan lapisan FAME-heksana dipisahkan dengan corong pisah. Lapisan atas kemudian dicuci dengan aquadest dan didistilasi untuk memisahkan FAME dan heksana. Pada transesterifikasi dengan penambahan *co-solvent* digunakan 10 ml heksana. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan diketahui bahwa transesterifikasi *in situ* menggunakan *microwave* merupakan teknik yang dapat digunakan untuk pembuatan biodiesel dari *Chlorella sp.* Hal ini telah dikonfirmasi dari hasil uji FAME menggunakan analisis GC-MS. Adapun kondisi optimum diperoleh pada penggunaan katalis 0,2M, waktu reaksi 60 menit dan daya *microwave* 450 watt. Pada kondisi ini, *yield* dengan penambahan *co-solvent* lebih besar yaitu 75,68 %, sedangkan tanpa *co-solvent* 65%.

Kata kunci : Biodiesel, *Chlorella sp.*, *microwave*, mikroalga, transesterifikasi *in situ*.

PRODUCTION OF BIODIESEL FROM MICROALGAE
***Chlorella* sp. BY MICROWAVE-ASSISTED**
TRANSESTERIFICATION IN SITU METHOD

Name/NRP : 1. Renova Panjaitan /23 13 100 048
2. Wa Ode Maryani Asrim/23 13 100 126

Department : Chemical Engineering of FTI-ITS
Academic Advisor : Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T

ABSTRACT

Microalgae is one of the potential natural sources in the manufacture of biodiesel because it contains high oil. Microalgae is the fastest organisms in photosynthesis and therefore have high productivity. In this study, the microalgae species that used is Chlorella sp. which contain up to 28-32% oil based on its dry weight. The purpose of this research are to study effect of variation biomass: solvent (methanol), catalyst concentration, microwave power, reaction time and addition of co-solvent in yield of biodiesel, to know optimum operating conditions in biodiesel production and to know the component and characteristic of biodiesel produced. The variables used in this study are biomass: solvent (methanol) 1:5, 1:10, 1:15 and 1:30 (wt / vol), catalyst concentration of H₂SO₄ 0.2; 0.35; 0.5M; microwave power 300, 450, 600 watts and reaction time 30, 60, 90, 120 minutes. The first method is to extract the microalgae oil content using microwave with hexane: methanol (3: 2). The results of oil extraction were analyzed by GC-MS test. The yield of microalgal oil extraction is used as a reference in determining the yield of biodiesel. After that, the in situ transesterification with and without the addition of co-solvent using microwave is do to obtain crude biodiesel. This process takes place in a two-neck flask with ratio of microalgae powder: solvent is 1:15 (best ratio) and with variable of

concentration, microwave power and reaction time that determined before. After the transesterification process takes place, the precipitate is filtered with a vacuum filter, the residue is washed with 30 ml of mixture methanol-hexane (1: 1). Then, the filtrate is added hexane and the FAME-hexane layer is separated by a separating funnel. The top layer is then washed with aquadest and distilled to separate FAME and hexane. In transesterification with the addition of co-solvent, 10 ml of hexane was used. Based on research that has been done, It's known that in situ transesterification using microwave is a technique that can be used for making biodiesel from Chlorella sp. This has been confirmed from the FAME test results using GC-MS analysis. The optimum conditions were obtained on the use of 0.2M catalyst, 60 min reaction time and 450 watt microwave power. In this condition, the yield with the addition of co-solvent is greater, that is 75.68% with co solvent, while without co-solvent is 65%.

Keywords : Biodiesel, Chlorella sp., microwave, microalgae, in situ transesterification.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena berkat dan kasih karunia-Nya penulis dapat menyusun skripsi yang berjudul:

“Pembuatan Biodiesel dari Mikroalga *Chlorella sp.* dengan Metode *Microwave-Assisted Transesterification* secara *In Situ*”.

Dalam penyusunan skripsi ini, penulis banyak mendapat bantuan baik secara langsung maupun tidak langsung dari beberapa pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Juwari, S.T., M.Eng., Ph.D, selaku Ketua Departemen Teknik Kimia FTI – ITS.
2. Bapak Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA., selaku Kepala Laboratorium Teknologi Proses, atas saran dan motivasi yang diberikan.
3. Ibu Dr. Lailatul Qadariah, S.T., M.T., selaku Dosen Pembimbing dan dosen wali, atas bimbingan, arahan dan dukungan yang sudah diberikan.
4. Bapak Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng selaku dosen wali.
5. Bapak Setiyo Gunawan, S.T., Ph.D, selaku Sekretaris Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS.
6. Ibu Orchidea Rachmaniah, S.T., M.T. dan Bapak Donny Satria Bhuana, S.T., M.T., selaku dosen penguji, atas kritik dan saran yang diberikan.
7. Bapak dan Ibu Dosen pengajar dan seluruh karyawan Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS.
8. Ibu Ummu Kulsum S.T., M.T., yang telah memberikan bimbingan dan dukungan moral maupun material.
9. Orang tua dan seluruh keluarga yang telah memberikan dukungan doa, dan kasih sayang kepada kami.
10. Semua teman-teman seperjuangan dan saudara-saudara S2 dan S3 di Laboratorium Proses yang memberi semangat, saran dan juga membantu dalam kelancaran penelitian.

11. Teman-teman K-53 yang telah memberikan semangat dalam pembuatan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih banyak terdapat kekurangan, oleh karena itu penulis mengharapkan saran dan kritik yang membangun. Semoga skripsi ini bermanfaat khususnya dibidang Teknik Kimia dan aplikasi Industri.

Surabaya, Juli 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
LEMBAR PENGESAHAN	
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
BAB I PENDAHULUAN	
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Rumusan Masalah	4
I.3 Tujuan Penelitian.....	5
I.4 Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
II.1 Biodiesel sebagai Bahan Bakar Alternatif	7
II.2. Potensi Mikroalga sebagai Biodiesel	9
II.3 Mikroalga <i>Chlorella sp.</i>	11
II.4 Reaksi Transesterifikasi	13
II.5 Reaksi Transesterifikasi <i>in situ</i>	19
II.6 Gelombang Mikro (<i>Microwave</i>)	20
II.7 <i>Microwave-Assited Transesterification</i>	21
II.8 Studi Hasil Penelitian Sebelumnya (<i>State of the Art</i>)	22
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
III.1 Garis Besar Penelitian	25
III.2 Bahan dan Alat Penelitian	25
III.3 Prosedur Penelitian	27
III.4 Variabel Percobaan.....	31
III.5 Flowchart Prosedur Penelitian	32
III.6 Analisa Data	38
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
IV.1 Ekstraksi Minyak Mikroalga <i>Chlorella sp.</i>	39
IV.2 Transesterifikasi <i>In Situ</i> Mikroalga <i>Chlorella sp.</i>	42

IV.3 Pengaruh Rasio Berat Mikroalga dan Metanol terhadap <i>Yield Crude</i> Biodiesel	47
IV.4 Pengaruh Waktu Reaksi dan Daya Microwave terhadap <i>Yield Crude</i> Biodiesel	49
IV.5 Pengaruh Konsentrasi Katalis H ₂ SO ₄ dan Waktu Reaksi terhadap <i>Yield</i> Produk Biodiesel	54
IV.6 Pengaruh Penambahan <i>Co-solvent</i> Terhadap <i>Yield</i> Produk Biodiesel.....	58
IV.7 Komponen dan Karakteristik FAME dari Mikroalga <i>Chlorella sp.</i>	60
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
V.1 Kesimpulan.....	63
V.2 Saran.....	64
DAFTAR PUSTAKA	
APPENDIKS A	
APPENDIKS B	
APPENDIKS C	
APPENDIKS D	
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

Tabel II.1.	Standar Biodiesel Berdasarkan SNI 04-7182-2012.....	8
Tabel II.2.	Perbandingan mikroalga dengan bahan baku biodiesel tanaman lain	10
Tabel II.3.	Komposisi Asam Lemak di dalam <i>Chorella sp.</i>	12
Tabel. IV.1.	Komposisi Asam Lemak dari Minyak Mikroalga <i>Chorella sp.</i>	3
Tabel. IV.2.	Komposisi Methyl Ester dari Mikroalga <i>Chorella sp.</i>	42
Tabel A.2.	Komposisi dari Analisis Minyak Mikroalga <i>Chorella sp.</i>	A-5
Tabel A.3.	Komposisi Biodiesel dari Mikroalga <i>Chorella sp.</i>	A-6
Tabel B.1.	Hasil Perhitungan <i>Yield</i> Minyak <i>Chorella sp.</i>	B-1
Tabel B.2.1.	Hasil Perhitungan <i>Yield</i> (%) Biodiesel dari Mikroalga <i>Chorella sp.</i> dengan metode <i>Microwave Transesterification</i> secara <i>in situ</i> dengan berbagai variasi biomass: pelarut (metanol).....	B-1
Tabel B.2.2.	Hasil Perhitungan <i>Yield</i> (%) Biodiesel dari Mikroalga <i>Chorella sp.</i> dengan metode <i>Microwave Transesterification</i> secara <i>in situ</i> (tanpa <i>co-solvent</i>).....	B-2
Tabel B.2.3.	Hasil Perhitungan <i>Yield</i> (%) Biodiesel dari Mikroalga <i>Chorella sp.</i> dengan metode <i>Microwave Transesterification</i> secara <i>in situ</i> (dengan penambahan <i>co-solvent</i>).....	B-4
Tabel B.3.	Hasil pengukuran suhu reaksi transesterifikasi pada daya 300 watt.....	B-5
Tabel B.4.	Hasil pengukuran suhu reaksi transesterifikasi pada daya 450 watt.....	B-7

Tabel B.5. Hasil pengukuran suhu reaksi transesterifikasi pada daya 450 watt.....B-9

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1	Mikroalga <i>Chlorella sp.</i>	11
Gambar II.2.	Skema reaksi transesterifikasi menggunakan metanol, R ₁ , R ₂ dan R ₃ adalah jenis asam lemak yang berikatan membentuk trigliserida.....	13
Gambar II.3.	Langkah-langkah konversi trigliserida menjadi <i>fatty acid alkyl ester</i> (FAME) dan <i>glycerine</i> . R adalah grup alkil dari alkohol	13
Gambar II.4.	Mekanisme reaksi esterifikasi dengan katalis asam	17
Gambar II.5.	Skema reaksi transesterifikasi Menggunakan metanol, R ₁ , R ₂ dan R ₃ adalah jenis asam lemak yang berikatan membentuk trigliserida	17
Gambar II.6.	Skema reaksi transesterifikasi menggunakan metanol, R ₁ , R ₂ dan R ₃ adalah jenis asam lemak yang berikatan membentuk trigliserida	18
Gambar II.7.	Mekanisme reaksi saponifikasi dalam transesterifikasi dengan katalis basa	19
Gambar III.1.	Peralatan ekstraksi dan transesterifikasi	26
Gambar III.2.	Peralatan distilasi.....	27
Gambar IV.1.	Mekanisme reaksi esterifikasi dengan katalis asam	45
Gambar VI.2.	Skema reaksi transesterifikasi menggunakan metanol, R ₁ , R ₂ dan R ₃ adalah jenis asam lemak yang berikatan membentuk trigliserida	46
Gambar IV.3.	Langkah-langkah konversi trigliserida menjadi <i>fatty acid alkyl ester</i> (FAME) dan <i>glycerine</i> . R	

	adalah grup alkil dari alkohol46
Gambar IV.4.	Pengaruh rasio biomassa : metanol terhadap <i>yield crude</i> biodiesel pada konsentrasi katalis H ₂ SO ₄ 0,5 M, waktu reaksi 30 menit dan daya <i>microwave</i> 600 watt48
Gambar IV.5.	Pengaruh waktu reaksi transesterifikasi dan daya <i>microwave</i> terhadap <i>yield crude</i> biodiesel pada konsentrasi katalis H ₂ SO ₄ 0,2 M49
Gambar IV.6.	Pengaruh waktu reaksi transesterifikasi dan daya <i>microwave</i> terhadap <i>yield crude</i> biodiesel pada konsentrasi katalis H ₂ SO ₄ 0,35M51
Gambar IV.7.	Pengaruh waktu reaksi transesterifikasi dan daya <i>microwave</i> terhadap <i>yield crude</i> biodiesel pada konsentrasi katalis H ₂ SO ₄ 0,5M52
Gambar IV.8.	Pengaruh konsentrasi katalis H ₂ SO ₄ dan waktu reaksi terhadap <i>yield crude</i> biodiesel pada waktu reaksi 30 menit55
Gambar IV.9.	Pengaruh konsentrasi katalis H ₂ SO ₄ dan waktu reaksi terhadap <i>yield crude</i> biodiesel pada waktu reaksi 60 menit55
Gambar IV.10.	Pengaruh konsentrasi katalis H ₂ SO ₄ dan waktu reaksi terhadap <i>yield crude</i> biodiesel pada waktu reaksi 90 menit56
Gambar IV.11.	Pengaruh konsentrasi katalis H ₂ SO ₄ dan waktu reaksi terhadap <i>yield crude</i> biodiesel pada waktu reaksi 120 menit56
Gambar IV.12.	Perbandingan reaksi dengan dan tanpa <i>co-solvent</i> pada kondisi

	450 watt, katalis 0,2M H ₂ SO ₄58
Gambar C.1.	Hasil Analisis GC-MS Minyak Mikroalga <i>Chlorella sp.</i>C-1
Gambar C.2.	Hasil Analisi GC-MS Biodiesel dari Mikroalga <i>Chlorella sp.</i>C-3
Gambar D.1.	Produk <i>crude</i> Biodiesel D-1
Gambar D.2.	Bahan Penelitian D-1
Gambar D.3.	Proses Ekstrasi dan Transesterifikasi <i>in situ</i> dengan <i>Microwave</i> D-1
Gambar D.4.	Proses penyaringan hasil transesterifikasi dengan filtrat vakum D-1
Gambar D.5.	Proses pemisahan dengan corong pemisah D-1
Gambar D.6.	Proses distilasi layer atas untuk memisahkan heksana dan <i>crude</i> biodiesel D-1

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB I

PENDAHULUAN

I.1. Latar Belakang

Untuk mengatasi kelangkaan minyak di dunia, saat ini telah banyak dilakukan penelitian mengenai pembuatan biodiesel. Biodiesel adalah salah satu bahan bakar terbarukan yang berasal dari minyak nabati yang digunakan untuk menggantikan petroleum diesel. Biodiesel umumnya dibuat dari minyak tumbuhan dan lemak hewan. Namun, pembuatan biodiesel dari minyak tumbuhan seperti jagung, kedelai, jarak dan sawit memiliki kekurangan yaitu waktu pemanenan tanaman yang berjarak 3 bulan- 5 tahun agar tanaman produktif menghasilkan minyak. Tidak hanya itu, menggantungkan substitusi minyak dari minyak jagung, kedelai, dan minyak kelapa sawit akan berbenturan dengan kepentingan konsumsi pangan manusia dan apabila minyak tersebut tetap diproduksi untuk mensubstitusi minyak bumi harganya tidak kompetitif (Basmal, 2008). Sedangkan, proses pembuatan biodiesel dari lemak hewan dirasa belum optimal. Lemak hewan mengandung asam lemak bebas dan kandungan air yang tinggi yang dapat menurunkan kualitas biodiesel (Feddern, 2015). Selain itu lemak hewan masih dibutuhkan dalam kepentingan konsumsi dan pembuatan produk-produk oleokimia. Dan untuk limbah lemak hewan seperti ayam, umumnya lebih diproses untuk dijadikan pakan ternak/ikan (Risris dkk, 2011).

Untuk mengatasi hal tersebut, perlu dicari bahan alam lain yang berpotensi dalam pembuatan biodiesel. Salah satu sumber alam yang berpotensi menjadi biodiesel adalah mikroalga. Batten *et al.* (2011) dan Nur (2014), menjabarkan bahwa Indonesia merupakan negara ketiga di anggota APEC yang memiliki potensi cukup besar dalam produksi mikroalga. Sebagai negara tropis yang dilalui garis khatulistiwa dan hanya memiliki dua musim, membuat tanaman fotosintesis, termasuk mikroalga, dapat tumbuh subur karena mendapat sinar matahari yang cukup, yakni rata-rata 12 jam per hari. Seperti yang diketahui sekitar 67% wilayah Indonesia

adalah lautan, peluang ini membuat mikroalga dapat tumbuh dengan melimpah jika dibudidayakan di sekitar daerah pantai. Tidak seperti tumbuhan lainnya, pertumbuhan mikroalga sangat cepat dan mengandung banyak minyak. Pemanenan mikroalga dapat dilakukan berkelanjutan (setiap hari) (Chisti, 2007).

Mikroalga adalah organisme tercepat di dunia dalam berfotosintesis dan spesiesnya yang mengandung minyak yang tinggi dapat menghasilkan *yield* minyak hingga 200 kali lebih banyak dari tumbuhan pangan lainnya (Latief, 2012). Budidaya mikroalga 10-20 kali lebih produktif dalam sehektar lahan dibandingkan tumbuhan lainnya, sehingga sangat berpotensi dalam produksi *biofuel* tanpa menyaingi produksi bahan pangan. Trigliserida yang terkandung dalam mikroalga mudah diekstraksi dan ditransesterifikasi untuk memperoleh biodiesel (Sharma *et al.*, 2012).

Dari beberapa jenis mikroalga yang diteliti, salah satu jenis mikroalga yang dapat menghasilkan produk lipid adalah *Chlorella sp.* Dibandingkan jenis mikroalga lainnya, kandungan minyak dalam mikroalga ini cukup tinggi yaitu 28-32% dari berat keringnya (Chisti, 2007). Adapun dengan dua kandungan asam lemak utamanya yaitu asam palmitat (C16:0) yang mencapai 31% dan asam palmitoleat (C16:1) sebesar 28% (Widianingsih *et al.*, 2013). Biodiesel terdiri dari asam lemak C12-C22, sehingga kandungan asam lemak *Chlorella sp.* yang didominasi oleh asam palmitat (C16:0) dan asam palmitoleat (C16:1) berpotensi menghasilkan biodiesel dengan *yield* yang tinggi. *Chlorella sp.* adalah mikroalga produktifitas tinggi dan sangat berpotensi dalam pembuatan biodiesel untuk skala besar. Namun, harus diperlukan metode yang tepat untuk membuka dinding selnya yang kaku agar proses ekstraksi minyak mikroalga lebih efisien. Hal ini disebabkan, pembuatan biodiesel secara konvensional seperti menggunakan metode *solvent extraction* membutuhkan *solvent* dan waktu reaksi yang lebih banyak untuk membuka dinding sel mikroalga (Grosso, 2015).

Aspek kelayakan ekonomi dalam produksi biodiesel merupakan aspek penting dalam mempertimbangkan kelayakan biodiesel yang dihasilkan dengan membandingkannya terhadap petroleum diesel. Transesterifikasi merupakan metode produksi biodiesel tradisional yang telah diterapkan dalam industri biodiesel secara luas. Proses pembuatan biodiesel dengan reaksi transesterifikasi merupakan proses yang paling efisien. Proses pembuatan biodiesel secara konvensional dilakukan dengan mengekstraksi lipid mikroalga dan dilanjutkan dengan mentransesterifikasinya (transesterifikasi *ex situ*). Namun proses ekstraksinya sendiri membutuhkan waktu dan prosedur yang lebih banyak sehingga proses ekstraksi ini dianggap tidak ekonomis. Kekurangan yang lain yaitu proses pembuatan biodiesel dengan metode konvensional membutuhkan temperatur yang tinggi dan kecepatan reaksi yang lambat. Selain itu, proses ini membutuhkan *solvent* dengan jumlah banyak dan hampir tidak mungkin di-*scale up* (Liu *et al.*, 2016). Saat ini telah banyak dikembangkan metode non-konvensional yang mengkombinasikan dua langkah tersebut menjadi satu langkah yaitu transesterifikasi *in situ*. Transesterifikasi *in situ* merupakan metode yang sederhana dan ekonomis dalam pembuatan biodiesel. Metode ini akan mengeliminasi proses ekstraksi dan purifikasi minyak (Yucel dan Tergiozgu, 2013). Dalam transesterifikasi *in situ* (*direct transesterification*), ekstraksi dan transesterifikasi berlangsung secara simultan dan alkohol bertindak sebagai suatu *solvent* dan suatu reaktan (Georgogianni *et al.*, 2008). Penambahan *co-solvent* juga dipertimbangkan sebagai salah satu cara dalam meningkatkan *yield* pada transesterifikasi *in situ*. Hal ini terjadi sebab *co-solvent* dapat meningkatkan kelarutan lipid pada alkohol dan mempercepat transesterifikasi *in situ* (Dianursanti *et al.*, 2015).

Gelombang mikro (*microwave*) merupakan salah satu teknik yang paling sering digunakan dalam ekstraksi lipid mikroalga. Teknologi ini merupakan teknologi yang paling sederhana dan paling efektif dalam mengekstraksi lipid mikroalga dibandingkan dengan beberapa metode lain. Pernyataan ini

didukung dengan penelitian yang dilakukan oleh Azcan dan Yilmaz (2012). Dalam penelitiannya menyimpulkan jika metode pemanasan *microwave* dalam transesterifikasi *ex situ* dapat mengurangi waktu reaksi transesterifikasi dan lebih hemat dalam energi. Adapun kondisi operasi dalam percobaan tersebut yaitu dengan perbandingan molar minyak terhadap metanol sebesar 1:8 dan penggunaan katalis KOH sebanyak 1% dari berat minyak. Hasil yang diperoleh yaitu pemanasan dengan *microwave* memberikan *yield* sebesar 96,54% dengan waktu reaksi 5 menit, sedangkan pemanasan konvensional pada suhu 65°C akan memberikan *yield* sebesar 96,94% dengan waktu reaksi 210 menit.

Penelitian pembuatan biodiesel ini menggunakan mikroalga *Chlorella sp.* dengan menggunakan metode *microwave-assisted transesterification* secara *in situ*. Proses transesterifikasi *in situ* dalam penelitian ini terdiri dari dua yaitu transesterifikasi *in situ* dengan katalis homogen bersifat asam tanpa *co-solvent* dan transesterifikasi *in situ* dengan katalis homogen bersifat asam dengan *co-solvent*. Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan *yield* biodiesel yang tinggi dan kualitas biodiesel yang memenuhi standar serta diharapkan dapat diperoleh kondisi operasi yang tepat untuk menghasilkan biodiesel dengan proses yang lebih efisien dan juga hemat energi.

I.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh rasio biomassa terhadap metanol, waktu reaksi, daya *microwave*, konsentrasi katalis, dan penambahan *co-solvent* terhadap *yield* biodiesel yang dihasilkan?
2. Bagaimana kondisi operasi optimum pada proses pembuatan biodiesel dengan menggunakan metode *microwave-assisted transesterification* secara *in situ*?
3. Bagaimanakah komponen dan karakteristik dari produk biodiesel yang dihasilkan?

I.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh rasio biomassa terhadap metanol, waktu reaksi, daya *microwave*, konsentrasi katalis, dan penambahan *co-solvent* terhadap *yield* biodiesel yang dihasilkan.
2. Mengetahui kondisi operasi optimum pada proses pembuatan biodiesel dengan menggunakan metode *microwave-assisted transesterification* secara *in situ*.
3. Mengetahui komponen dan karakteristik dari produk biodiesel yang dihasilkan.

1.4. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Memberikan wawasan baru bagi penulis dan masyarakat mengenai pemanfaatan mikroalga sebagai energi alternatif.
2. Mendukung program pemerintah dalam hal efisiensi energi, pengembangan energi alternatif dalam rangka mewujudkan ketahanan energi nasional.
3. Dapat digunakan sebagai referensi atau rujukan dalam pembuatan industri biodiesel dari mikroalga *Chlorella sp.* dalam skala besar.
4. Sebagai referensi bagi penulis selanjutnya yang mengkaji dan meneliti tentang pembuatan biodiesel.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1. Biodiesel sebagai Bahan Bakar Alternatif

Biodiesel merupakan bahan bakar pengganti diesel yang merupakan senyawa ester turunan dari rantai panjang asam lemak. Biodiesel tersusun dari mono alkyl ester dari asam lemak yang berasal dari sumber lipid yang dapat diperbaharui seperti minyak tumbuhan dan lemak hewan, yang digunakan sebagai bahan bakar. Istilah biodiesel sendiri merujuk pada 100% bahan bakar (B100). Namun, sering juga istilah campuran biodiesel dengan petroleum diesel dikenal sebagai B2, B5 dan B20, dan lain-lain, dimana angka tersebut menunjukkan persen biodiesel yang digunakan. Properties biodiesel bergantung dari bahan baku minyak/lemak hewan yang digunakan. hal ini berhubungan dengan struktur kimia minyak, seperti jumlah atom carbon dan jumlah ikatan rangkap dalam ikatan hidrokarbon.

Biodiesel mempunyai potensi yang tinggi untuk menggantikan produk petroleum. Berdasarkan penelitian, para ahli menyimpulkan bahwa bahan bakar biodiesel memiliki nilai energi yang hampir setara tanpa harus melakukan modifikasi pada mesin diesel. Biodiesel memiliki beberapa kelebihan yaitu kandungan sulfur dan senyawa aromatic rendah, nilai setan number yang tinggi, biodegradable (Gerpen, 2005). Selain itu biodiesel juga lebih ramah lingkungan karena emisi seperti CO₂, rendah (Duffield, 2007).

Adapun manfaat lain dari penggunaan biodiesel yaitu:

1. Biodiesel (B100) dapat berasal dari sumber domestik dan sumber yang dapat diperbaharui,
2. Biodiesel (B100) lebih efisien. Efisiensi energi bahan bakar total dari biodiesel yaitu 320%, sedangkan petroleum diesel sebesar 80%.
3. Biodiesel (B100) dapat langsung digunakan dalam mesin diesel.
4. Penggunaan Biodiesel (B100) dapat mengurangi global warming dan mengurangi emisi dari knalpot (-41%).

5. Biodiesel (B100) bersifat non toxic dan biodegradable.
6. Biodiesel (B100) adalah *solvent* yang baik dan dapat membersihkan pipa mesin dan sedimen dalam tangki.

(Conley, 2012)

Biodiesel memiliki sifat-sifat seperti densitas, viskositas, *heating value*, *flash point* dan *cold filter plugging point* yang mirip dengan diesel dari petroleum. Adapun kelayakan biodiesel yang dihasilkan dapat dibandingkan dengan standar SNI seperti pada Tabel II.1. berikut.

Tabel II.1. Standar Biodiesel Berdasarkan SNI 04-7182-2012

Parameter Uji	Satuan Min/Maks	Persyaratan
Massa jenis pada 40°C	Kg/m ³	850-890
Viskositas kinematik pada 40 °C	Mm ² /s (cSt)	2,3-6,0
Angka setana	min	51
Titik nyala	°C, min	100
Titik kabut	°C, maks	18
Temperatur distilasi 90%	°C, maks	360
Abu tersulfatkan	%-massa, maks	0,02
Belerang	Mg/kg, maks	100
Fosfor	Mg/kg, maks	10
Angka asam	Mg-KOH/g, maks	0,6
Gliserol bebas	%-massa, maks	0,02
Gliserol total	%-massa, maks	0,24
Kadar ester metil	%-massa, main	96,5

II. 2. Potensi Mikroalga sebagai Biodiesel

Mikroalga merupakan makhluk hidup yang dapat berfotosintesis. Mikroalga tumbuh hanya memerlukan cahaya matahari dan beberapa sumber makanan sederhana lainnya. Bila dibandingkan dengan tanaman sumber biodiesel yang lain seperti tanaman kacang kedelai, mikroalga memiliki laju pertumbuhan dan produktivitas yang cukup tinggi serta memerlukan luas lahan yang relatif rendah. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kandungan minyak dalam mikroalga lebih banyak dibandingkan minyak pada tanaman lain, hal ini dapat dilihat dalam Tabel II.2 yang membandingkan efisiensi produksi biodiesel dan penggunaan lahan untuk tumbuh (Mata *et al.*, 2009).

Mikroalga dianggap sebagai salah satu sumber produksi biodiesel yang paling efisien. Menurut Ahmad *et al.* (2010), terdapat beberapa keuntungan penggunaan mikroalga sebagai biodiesel yaitu

1. Meningkatkan efisiensi ataupun mengurangi biaya. Biaya pemanenan mikroalga *relative* lebih rendah dibandingkan biomasa yang lain. Selain itu pemanfaatan mikroalga sebagai bahan baku biodiesel tidak akan mengganggu kestabilan suplai rantai makanan manusia.
2. Pengembangan mikroalga tidak memerlukan area yang luas dibanding tanaman lain.
3. Mikroalga mempunyai kandungan minyak sekitar 20 sampai 50% berat keringnya.
4. Mikroalga dapat mengikat CO₂ di udara
5. Dapat dipanen hampir sepanjang tahun sehingga menjadi sumber yang berkelanjutan
6. Menghasilkan minyak yang *non-toxic* dan ramah lingkungan.

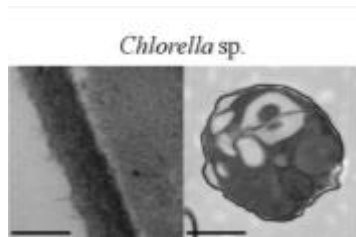
Tabel II.2. Perbandingan mikroalga dengan bahan baku biodiesel tanaman lain.

Jenis tanaman	Kandungan minyak (% berat)	Yield minyak (L minyak/ ha)	Penggunaan lahan (m² / kg biodiesel)	Produksi biodiesel (kg biodiesel / ha)
<i>Corn (Zea mays L.)</i>	44	172	66	152
<i>Hemp (Cannabis sativa L.)</i>	33	363	31	321
<i>Soybean (Glycine max L.)</i>	18	636	18	562
<i>Jatropha (Jatropha curcas L.)</i>	28	741	15	656
<i>Camelina (Camelina sativa L.)</i>	42	915	12	809
<i>Canola (Brassica napus L.)</i>	41	974	12	862
<i>Sunflower (Helianthus annuus L.)</i>	40	1070	11	946
<i>Castor (Ricinus communis)</i>	48	1307	9	1156
<i>Palm oil (Elaeis guineensis)</i>	36	5366	2	4747
<i>Microalgae (low oil content)</i>	30	58700	0.2	51927
<i>Microalgae (medium oil content)</i>	50	97800	0.1	86515
<i>Microalgae (high oil content)</i>	70	136900	0.1	121104

II.3. Mikroalga *Chlorella sp.*

Menurut Bold dan Wynne (1985), klasifikasi dari *Chlorella sp.* adalah sebagai berikut:

Divisi	:	Chlorophyta
Kelas	:	Chlorophyceae
Ordo	:	Chlorococcales
Familia	:	Oocystaceae
Genus	:	Chlorella
Species	:	Chlorella sp.



Gambar II.1 Mikroalga *Chlorella sp.*

(Yap *et al.*, 2016)

Chlorella sp. memiliki dinding sel yang tebal seperti ditunjukkan dalam Gambar II.1. Merupakan mikroalga bersel tunggal yang hidup di lingkungan perairan, tumbuh dan berkembang dengan memanfaatkan sinar matahari sebagai sumber energi dan karbon dioksida sebagai sumber karbon. *Chlorella sp.* merupakan kelompok organisme protista autotrof, yakni protista yang mampu membuat makanannya sendiri, karena mempunyai pigmen klorofil. *Chlorella sp.* merupakan salah satu kelompok alga hijau yang paling banyak jumlahnya diantara alga hijau lainnya,

90% *Chlorella sp.* hidup di air tawar dan 10% *Chlorella sp.* hidup di air laut (Sopiah dkk, 2012). *Chlorella sp.* mengandung lipid cukup tinggi dengan kisaran 28-32 % berat kering sehingga berpotensi untuk dijadikan sebagai bahan baku biodiesel (Chisti, 2007). Adapun komposisi asam lemak di dalam *Chlorella sp.* dideskripsikan dalam Tabel II.3.

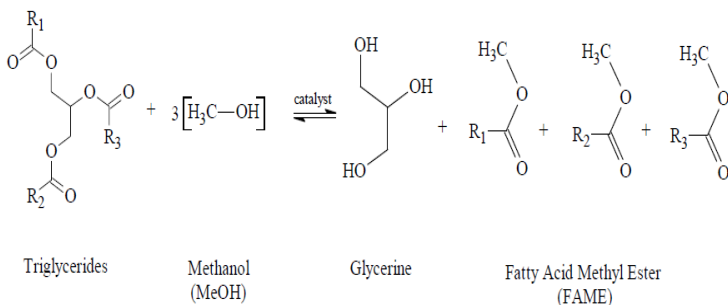
Tabel II.3 Komposisi asam lemak di dalam *Chlorella sp.*

No	Fatty Acids	% Total
1	<i>Saturated Fatty Acid (SFA)</i>	
	<i>C12:0 Dodecanoic (Lauric Acid)</i>	$0,61 \pm 0,13$
	<i>C14:0 Tetradecanoic (Myristic Acid)</i>	$8,62 \pm 0,78$
	<i>C16:0 Palmitic Acid</i>	$30,99 \pm 2,55$
	<i>C18:0 Stearic Acid</i>	$9,00 \pm 0,50$
	<i>C20:0 Eicosanoic (Arachidic)</i>	$17,85 \pm 1,12$
	<i>C22:0 Docosanoic (Behenic acid)</i>	$0,10 \pm 0,03$
	<i>C24:0 Tetracosanoic (Lignoceric)</i>	$0,23 \pm 0,02$
	Total SFA	$67,4 \pm 0,06$
2	<i>Mono Unsaturated Fatty Acid (MUFA)</i>	
	<i>C16:1 Palmitolic Acid</i>	$25,68 \pm 2,58$
	<i>Oleic Acid</i>	$0,37 \pm 0,02$
	Total MUFA	$26,05 \pm 2,59$
3	<i>Poly Unsaturated Fatty Acid (PUFA)</i>	
	<i>C18:2 Linoleic Acid</i>	$0,96 \pm 0,01$
	<i>C18:3 Linolenic Acid</i>	$0,05 \pm 0,01$
	<i>C18:4 Octadecatetraenoic</i>	-
	<i>C20:5ωt Eicosapentaenoic Acid (EPA)</i>	$0,17 \pm 0,01$
	<i>C22:6 Docosapentaenoic Acid</i>	$0,01 \pm 0,01$
	Total PUFA	$1,19 \pm 0,03$

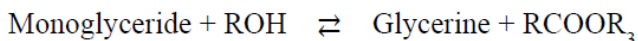
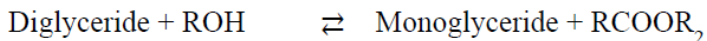
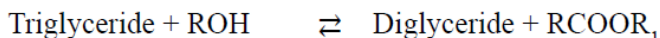
(Widianingsih *et al.*, 2013)

II.4. Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi kimia antara trigliserida dan alkohol dengan bantuan katalis untuk memproduksi *mono-ester* yang disebut biodiesel (Brennan dan Owende, 2010). Reaksi transesterifikasi akan menurunkan viskositas dari trigliserida. Reaksi ini merupakan reaksi reversibel yang dapat dituliskan seperti pada Gambar II.2. Adapun langkah-langkah reaksi tersebut ditunjukkan pada Gambar II.3



Gambar II.2. Skema reaksi transesterifikasi menggunakan metanol, R_1 , R_2 dan R_3 adalah jenis asam lemak yang berikatan membentuk trigliserida



Gambar II.3. Langkah-langkah konversi trigliserida menjadi *fatty acid alkyl ester* (FAME) dan *glycerine*. R adalah grup alkil dari alkohol.

Transesterifikasi biodiesel dipengaruhi oleh berbagai faktor diantaranya:

1. Homogenisasi reaksi (pencampuran)

Homogenisasi campuran dalam reaksi mempengaruhi efektifitas reaksi karena tumbukan akan terjadi yang pada akhirnya akan mempengaruhi laju reaksi, konstanta reaksi, energi aktivasi dan lama reaksi. Transesterifikasi tidak akan berlangsung baik bila campuran bahan tidak dihomogenisasi terutama selama tahap awal proses. Pengadukan yang kuat (*vigorous stirring*) merupakan salah satu metode homogenisasi yang cukup berhasil untuk proses yang dilakukan secara *batch* dan kontinyu.

2. Rasio molar

Salah satu faktor penting yang mempengaruhi *yield* biodiesel adalah rasio molar alkohol terhadap trigliserida. Secara stokiometri 3 mol alkohol dan 1 mol trigliserida akan menghasilkan *yield* 3 mol FAME dan 1 mol gliserol. Agar reaksi berlangsung ke kanan maka perlu digunakan alkohol berlebih atau *me-remove* salah satu produk dari campuran reaksi. Laju reaksi paling tinggi terjadi ketika 100% eksess metanol digunakan.

3. Jenis alkohol

Metanol dapat menghasilkan ester lebih banyak dari pada etanol dan butanol. Metanol merupakan jenis alkohol yang banyak digunakan untuk proses transesterifikasi karena selain harganya yang murah, metanol secara fisik dan kimiawi lebih menguntungkan yaitu bersifat polar dan memiliki rantai alkohol yang paling pendek. Berdasarkan penelitian telah dibuktikan bahwa penggunaan metanol menghasilkan *yield* yang lebih besar dibandingkan bila menggunakan etanol. Dimana *yield* biodiesel akan meningkat dengan menaikkan molar rasio metanol. Rasio minyak terhadap metanol yang menghasilkan *yield* paling

besar berdasarkan penelitian yang ada yaitu 1:6. Selain itu dalam proses transesterifikasi alkohol yang digunakan harus dalam keadaan anhidrous dengan kandungan air $< 0,1-0,5\%$.

4. Suhu

Suhu reaksi yang lebih tinggi akan meningkatkan laju reaksi dan mempersingkat waktu reaksi. Akan tetapi kenaikan suhu reaksi di luar level optimal akan menyebabkan penurunan *yield* biodiesel karena menyebabkan metanol menguap. Biasanya suhu reaksi transesterifikasi adalah $50^{\circ}\text{C}-60^{\circ}\text{C}$ tergantung jenis minyak yang digunakan. Suhu reaksi direkomendasikan dekat dengan titik didih alkohol supaya konversi lebih cepat terjadi. Bila reaksi dilakukan pada suhu ruangan maka akan memerlukan waktu reaksi yang lebih lama.

Dalam proses transesterifikasi perubahan suhu reaksi menyebabkan gerakan molekul semakin cepat (tumbukan antara molekul pereaksi meningkat) atau energi yang dimiliki molekul bisa mengatasi energi aktivasi dengan kata lain perubahan suhu akan mempengaruhi probabilitas /peluang molekul dengan energi yang sama atau lebih tinggi dari energi aktivasi. Suhu mempengaruhi viskositas dan densitas, karena viskositas dan densitas merupakan dua parameter fisis penting yang mempengaruhi pemanfaatan biodiesel sebagai bahan bakar. Semakin tinggi suhu menyebabkan gerakan molekul semakin cepat atau energi kinetik yang dimiliki molekul-molekul pereaksi semakin besar sehingga tumbukan antara molekul pereaksi juga meningkat.

5. Kandungan air

Keberadaan air yang berlebihan dapat menyebabkan sebagian reaksi dapat berubah menjadi reaksi sabun atau saponifikasi yang akan menghasilkan sabun, sehingga

meningkatkan viskositas, terbentuknya gel dan dapat menyulitkan pemisahan antara gliserol dan biodiesel.

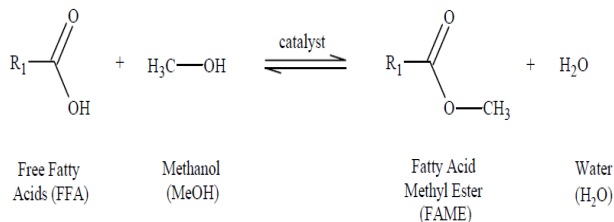
6. Katalis

Proses produksi akan berlangsung sangat lambat dan membutuhkan suhu dan tekanan yang tinggi tanpa menggunakan katalis. Jika minyak mempunyai nilai FFA $< 0,5$ % maka bisa langsung diproses dengan transesterifikasi dengan katalis basa, bila kandungan FFA > 5 % maka proses harus dilakukan dengan Es-trans (esterifikasi-transesterifikasi). Reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa dipengaruhi beberapa faktor yaitu internal dan eksternal. Faktor internal yaitu kualitas bahan baku minyak itu sendiri seperti kadar air serta asam lemak bebas yang sangat mempengaruhi reaksi. Faktor eksternal yaitu rasio mol antara alkohol dan minyak, jenis katalis, waktu reaksi, suhu, dan parameter-parameter lainnya pasca transesterifikasi. (Khan, 2002).

A. Transesterifikasi dengan Katalis Asam Homogen

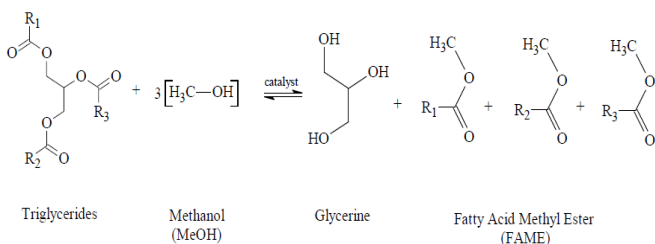
Transesterifikasi dengan katalis asam adalah reaksi kimia yang melibatkan asam lemak dan alkohol yang menghasilkan FAAE (*Fatty Acid Alkyl Ester*), *glycerine* dan air. Minyak yang mengandung asam lemak bebas (FFA) tidak dapat dikonversi menjadi biodiesel dengan katalis basa. FFA akan membentuk sabun dan menghambat proses pemisahan. Transesterifikasi *dengan* katalis asam akan mengakibatkan terjadi reaksi esterifikasi dan dilanjutkan dengan transesterifikasi. Proses esterifikasinya akan mengkonversi FFA menjadi biodiesel dan transesterifikasinya akan mengkonversi gliserida yang terkandung dalam minyak menjadi biodiesel. Katalis yang biasa digunakan dalam transesterifikasi asam yaitu asam sulfat, asam hidroklorida dan ferri sulfat.

Adapun skema transesterifikasi dengan katalis asam didahului dengan reaksi FFA dengan alkohol yang membentuk methyl ester seperti yang terlihat dalam Gambar II.4. berikut:



Gambar II.4. Mekanisme reaksi esterifikasi dengan katalis asam

Reaksi selanjutnya merupakan reaksi konversi trigliserida menjadi methyl ester seperti yang ditunjukkan dalam Gambar II.5. berikut:



Gambar II.5. Skema reaksi transesterifikasi menggunakan metanol, R₁, R₂ dan R₃ adalah jenis asam lemak yang berikatan membentuk trigliserida

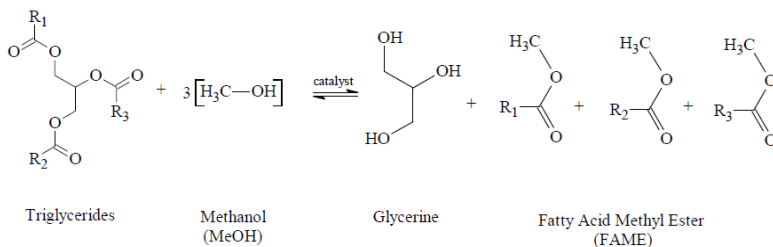
Transesterifikasi dengan katalis asam cocok digunakan dalam *pre-treatment* untuk mengurangi jumlah asam lemak bebas (FFA) dalam bahan baku. Proses ini menghasilkan *yield* yang tinggi pada FFAE, tetapi waktu

reaksi cukup lama memerlukan jumlah metanol yang banyak.

B. Transesterifikasi dengan Katalis Basa Homogen

Transesterifikasi dengan katalis basa merupakan proses yang paling baik untuk produksi biodiesel. Penelitian menemukan jika transesterifikasi dengan katalis basa dapat menghasilkan biodiesel dengan *yield* dan kemurnian yang tinggi dalam waktu yang singkat, kira-kira 30-60 menit. Transesterifikasi dengan katalis basa dapat lebih cepat 4000 kali dari pada menggunakan proses transesterifikasi dengan katalis asam. Namun, proses ini sangat sensitif dengan kualitas bahan bakunya, proses ini membutuhkan bahan baku dengan FFA dan kandungan air yang rendah.

Dalam reaksi ini, reaksi utama merupakan reaksi trigliserida yang dikonversikan menjadi methyl ester, seperti yang ditunjukkan dalam Gambar II.6.



Gambar II.6. Skema reaksi transesterifikasi menggunakan metanol, R₁, R₂ dan R₃ adalah jenis asam lemak yang berikatan membentuk trigliserida

Reaksi Transesterifikasi dengan katalis basa akan menghasilkan reaksi samping (reaksi saponifikasi) seperti yang ditunjukkan dalam Gambar II.7.



R' = carbon chain of the fatty acid

R = alkyl group of the alcohol

Gambar II.7. Mekanisme reaksi saponifikasi dalam transesterifikasi dengan katalis basa

(Schuchardt, 1998)

II.5. Reaksi Transesterifikasi *in situ*

Transesterifikasi *in situ* merupakan transesterifikasi langsung biomassa yang kaya akan lipid atau minyak tanpa mengalami tahap ekstraksi dan purifikasi secara terpisah. Pada metode ini *raw material* akan dikontakkan secara langsung dengan alkohol dan katalis. Alkohol bertindak sebagai pelarut minyak pada waktu yang bersamaan juga berperan sebagai reaktan untuk reaksi (Georgianni *et al.*, 2008). Pada proses transesterifikasi ini, proses dapat berlangsung secara simultan (dimana ekstraksi dan reaksi berlangsung secara simultan), atau ekstraksi terlebih dahulu dilanjutkan dengan reaksi, ataupun proses transesterifikasi terlebih dahulu yang diikuti dengan proses ekstraksi. Melalui proses ini biodiesel dapat dihasilkan dengan menggunakan tahapan produksi keseluruhan yang lebih sedikit. Perbedaan secara jelas dari tahapan produksi terletak pada tahapan ekstraksi untuk mengambil lipid dan minyak yang tersimpan dalam biomassa dan pemurnian minyak atau lipid dari material padatnya. Tahapan ekstraksi dan pemurnian akan menghabiskan biaya yang besar sehingga penghilangan ekstraksi dapat mengurangi tahapan proses dan mengurangi biaya produksi (Liu *et al.*, 2016).

II.6. Gelombang Mikro (*Microwave*)

Gelombang mikro atau *microwave* adalah gelombang elektromagnetik dengan frekuensi super tinggi (*Super High Frequency*, SHF), yaitu antara 300 Mhz – 300 Ghz. *Microwave* memiliki rentang panjang gelombang dari 1 mm hingga 1 m (Thostenson, 1999). Pemanfaatan gelombang mikro sudah diaplikasikan secara luas dalam berbagai bidang ilmu. Dalam elektronika seperti radio, televisi. Dalam teknologi komunikasi seperti radar, satelit, pengukuran jarak jauh, dan untuk penelitian sifat – sifat material. Kapasitas panas dari radiasi gelombang mikro sebanding dengan properti dielektrik dari bahan dan sebaran muatan elektromagnetiknya (Santos *et al.*, 2011).

Pemanasan pada *microwave* dikenal dengan pemanasan dielektrik *microwave*. Dielektrik adalah bahan isolator listrik yang dapat dikutubkan dengan cara menempatkan bahan dielektrik dalam medan listrik. Ketika bahan tersebut berada dalam medan listrik, muatan listrik yang terkandung di dalamnya tidak akan mengalir. Akibatnya tidak timbul arus seperti bahan konduktor, tetapi hanya bergeser sedikit dari posisi setimbangnya. Hal ini mengakibatkan terciptanya pengutuban dielektrik. Akibatnya muatan positif bergerak menuju kutub negatif medan listrik, sedang muatan negatif bergerak kearah kutub positif. Hal ini menyebabkan medan listrik internal yang menyebabkan jumlah medan listrik yang melingkupi bahan dielektrik menurun.

Dalam pendekatan teori tentang permodelan dielektrik, sebuah bahan terbuat dari atom-atom. Setiap atom terdiri dari elektron terikat dan meliputi titik bermuatan positif di tengahnya. Dengan adanya medan listrik disekeliling atom ini maka awan bermuatan negative tersebut berubah bentuk. Mekanisme dasar pemanasan *microwave* melibatkan pengadukan molekul polar atau ion yang berosilasi karena pengaruh medan listrik dan magnet yang disebut polarisasi dipolar. Dengan adanya medan yang berosilasi, partikel akan beradaptasi dimana gerakan partikel tersebut dibatasi oleh gaya interaksi antar partikel dan tahanan listrik. Akibatnya

partikel tersebut menghasilkan gerakan acak yang menghasilkan panas.

Keunggulan dalam pemilihan *microwave* sebagai media pemanas karena *microwave* bisa bekerja cepat dan efisien. Hal ini dikarenakan adanya gelombang elektromagnetik yang bisa menembus bahan dan mengeksitasi molekul-molekul bahan secara merata. Gelombang pada frekuensi 2500MHz (2,5 GHz) ini diserap bahan. Saat diserap, atom-atom akan tereksitasi dan menghasilkan panas. Proses ini tidak membutuhkan konduksi panas seperti oven biasa. Maka dari itu, prosesnya bisa dilakukan sangat cepat. Disamping itu, gelombang mikro pada frekuensi ini diserap oleh bahan gelas, keramik, dan sebagian jenis plastik.

II.7. Microwave-Assisted Transesterification

Gelombang mikro adalah gelombang radio dengan frekuensi sangat tinggi yang dapat menyebabkan molekul bergetar milyaran kali per detik. Radiasi gelombang mikro merupakan sumber energi yang tidak biasa, dan terbukti jika transesterifikasi dengan katalis basa homogen dapat dipercepat dengan gelombang mikro. Teknologi ini telah dilaporkan sebagai teknologi yang paling sederhana dan paling efektif untuk ekstraksi lipid mikroalga dibanding dengan beberapa metode lain. Dengan menggunakan radiasi gelombang mikro sebagai metode pemanasnya, diperoleh berbagai manfaat yang jelas dalam pembuatan biodiesel. Gelombang mikro mempercepat penghancuran sel mikroalga dan memudahkan keluarnya lipid. Radiasi gelombang mikro merupakan proses pemanasan yang lebih cepat dan lebih efisien, dimana berkontribusi langsung pada difusi molekular dan transfer massa. Selain itu, metanol merupakan *solvent* yang meyerap kuat gelombang mikro. Sehingga, radiasi gelombang mikro dapat menyebabkan terjadinya reaksi transesterifikasi. Metode pemanasan dapat menyebabkan proses ekstraksi lipid berlangsung cepat dan secara bersamaan mengubahnya menjadi FAEE atau FAME. Adapun efek gelombang mikro : (1) efek thermal yang disebabkan oleh gelombang mikro akan meningkatkan properties

alkohol untuk mengekstrak minyak dari biomassa alga pada suspensi (ekstraksi difusi) dan kemudian, (2) efek gelombang mikro yang luas menyebabkan terjadinya penetrasi *solvent* melewati dinding sel dan kemudian metanol terevaporasi sehingga menyebabkan sel pecah mengeluarkan minyak (Liu *et al.*, 2016).

II.8. Studi Hasil Penelitian Sebelumnya (*State of the Art*)

Azcan dan Yilmaz (2012), melakukan penelitian tentang pembuatan biodiesel melalui proses transesterifikasi secara *ex situ* dari mikroalga *Chlorella protothecoides* dengan menggunakan dua metode yaitu (1) transesterifikasi dengan menggunakan pemanasan konvensional dengan penambahan katalis KOH sebanyak 1% berat minyak, molar lipid : metanol = 1:8, pada suhu reaksi 65°C dan waktu reaksi 210 jam. *Yield* yang dihasilkan dalam percobaan ini mencapai 96,94 % dan (2) transesterifikasi dengan menggunakan metode *microwave-assisted transesterification* dengan penambahan katalis KOH sebanyak 1% berat minyak, molar lipid : metanol = 1:8 dan dengan waktu reaksi 5 menit. Berdasarkan percobaan diperoleh *yield* biodiesel sebanyak 96,54 %. Berdasarkan percobaan ini, dapat disimpulkan jika metode *microwave-assisted transesterification* dapat menghasilkan biodiesel dengan *yield* yang tinggi dalam waktu yang sangat cepat.

Velazquez-Orta *et al.* (2012), telah melakukan transesterifikasi *in situ* menggunakan katalis asam H₂SO₄ dan katalis basa NaOH dengan metode pemanasan konvensional. Dalam penelitiannya, transesterifikasi *in situ* dilakukan dengan menggunakan metanol dan mikroalga *Chlorella vulgaris*. Berdasarkan penelitian yang dilakukan, katalis asam H₂SO₄ memberikan *yield* FAME yang lebih banyak yaitu 96.8 ± 6.3 %, sedangkan katalis basa NaOH memberikan *yield* FAME yang lebih sedikit yaitu 77.6 ± 2.3 wt%.

Dianursanti *et al.* (2015), telah melakukan transesterifikasi *in situ* dan *ex situ* dengan Mikroalga *Nannochloropsis sp.* dengan metode pemanasan konvensional dan dengan penambahan *co-solvent* yaitu heksana. Transesterifikasi *in situ* dengan pemanasan

konvensional disertai penambahan *co-solvent*, dilakukan dengan penambahan katalis KOH sebanyak 2% berat minyak, volume metanol:heksana yaitu 1:1, molar lipid : metanol= 1:400, suhu reaksi 60°C dan waktu reaksi 4 jam. *Yield* yang dihasilkan dalam percobaan ini mencapai 90,9 %. Kemudian transesterifikasi *ex situ* dilakukan dengan pemanasan konvensional disertai penambahan *co-solvent* dengan variabel metanol, KOH heksana dan waktu reaksi yang sama. Pada percobaan *ex situ* tersebut diperoleh *yield* sebesar 78%. Berdasarkan percobaan ini dapat disimpulkan jika percobaan dengan transesterifikasi *in situ* menghasilkan *yield* yang lebih tinggi. Hal ini dapat terjadi sebab *co-solvent* meningkatkan kelarutan lipid pada alkohol dan mempercepat proses transesterifikasi *in situ* (ekstraksi maupun reaksi).

Patil *et al.* (2010), telah melakukan penelitian pembuatan biodiesel melalui proses transesterifikasi secara *in situ* dari mikroalga *Nannochloropsis sp.* dengan metode *Microwave-Assisted Transesterification*. Dalam penelitian ini digunakan KOH 2% berat minyak dengan perbandingan berat mikroalga kering : volume metanol = 1: 9, transesterifikasi dilakukan selama 6 menit pada suhu 60°C. Dari percobaan tersebut diperoleh *yield* biodiesel sebanyak 82,4 %.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1. Garis Besar Penelitian

Proses pembuatan biodiesel menggunakan mikroalga *Chlorella sp.* ini menggunakan metode *microwave-assisted transesterification* secara *in situ*. *Microwave* digunakan untuk mempercepat waktu reaksi dengan menggunakan katalis homogen yang bersifat asam. Tahap utama dalam penelitian ini yaitu ekstraksi minyak mikroalga *Chlorella sp.* menggunakan *microwave* dan pembuatan biodiesel dari mikroalga *Chlorella sp.* menggunakan metode *microwave-assisted transesterification* secara *in situ* dengan dan tanpa *co-solvent*. Penelitian ini dilakukan dengan memvariasikan massa biomassa terhadap pelarut, konsentrasi katalis, daya *microwave* dan waktu reaksi transesterifikasi. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Teknologi Proses Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

III.2. Bahan dan Alat Penelitian

III.2.1. Bahan Penelitian

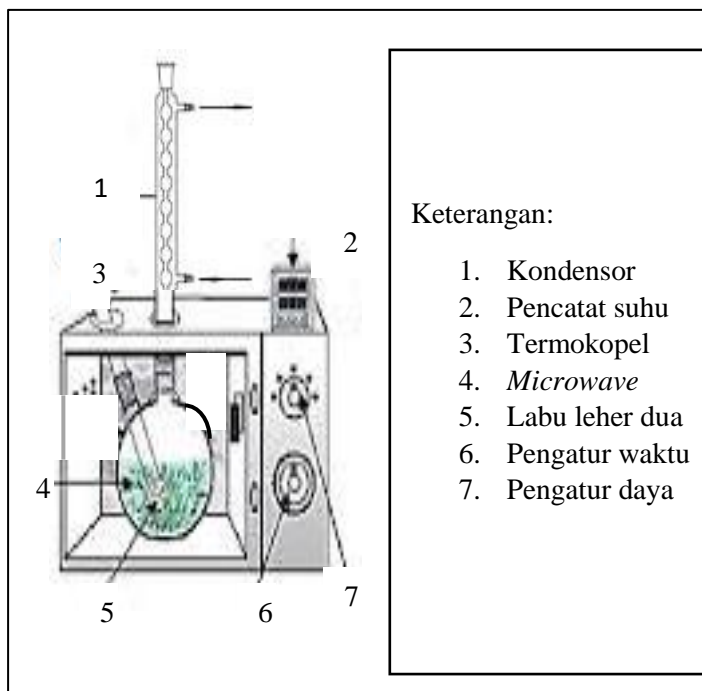
1. *Microalgae Chlorella sp.*
Mikroalga *Chlorella sp.* yang akan digunakan sebagai bahan baku pada pembuatan biodiesel ini didapatkan dari Balai Budidaya Air Payau (BBAP) Jepara dalam kondisi kering (*dry microalgae*).
2. Heksana
Larutan ini digunakan sebagai *solvent* pada proses ekstraksi bahan baku dan *co-solvent* pada proses transesterifikasi dengan kadar 96%.
3. Metanol (CH_3OH)
Metanol yang akan digunakan sebagai pengikat senyawa-senyawa non-lipid pada proses ekstraksi dan sebagai pereaksi untuk reaksi transesterifikasi dengan kadar 96%.

4. Katalis H_2SO_4
Katalis H_2SO_4 yang digunakan memiliki kadar 98%. Katalis H_2SO_4 digunakan untuk mempercepat reaksi transesterifikasi.
5. Aquades
Aquades digunakan untuk proses pencucian methyl ester setelah melalui proses transesterifikasi.

III.2.2. Alat Penelitian

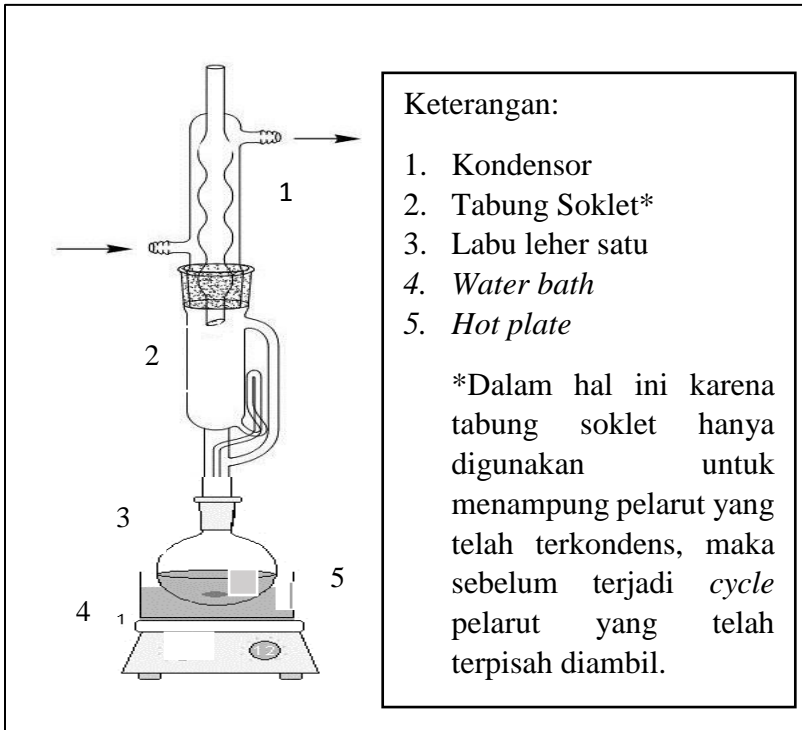
Peralatan yang digunakan meliputi :

1. Peralatan untuk Proses Ekstraksi dan Transesterifikasi



Gambar III.1. Peralatan ekstraksi dan transesterifikasi

2. Peralatan untuk Proses Distilasi



Gambar III.2. Peralatan distilasi

III.3. Prosedur Penelitian

III.3.1. Ekstraksi Minyak Mikrolaga *Chlorella sp.*

1. Mempersiapkan alat dan bahan
2. Memasukkan mikroalga *Chlorella sp.* sebanyak 10 gram ke dalam labu leher satu
3. Menambahkan pelarut (heksana-metanol) sesuai dengan perbandingan yang telah ditetapkan sebanyak 50 ml.
4. Menyalakan dan mengatur daya di dalam *microwave* sesuai variabel yang telah ditetapkan.

5. Melakukan proses ekstraksi dengan *microwave* dan menghentikan proses ekstraksi ketika mencapai waktu reaksi yang telah ditetapkan.
6. Mendinginkan campuran hasil ekstraksi.
7. Menyaring hasil ekstraksi dengan filtrat vakum untuk memisahkan filtrat dan residu.
8. Mencuci residu dengan 30 ml pelarut heksana-metanol (1:1 v/v) sebanyak tiga kali dengan tujuan agar minyak yang tertinggal diresidu dapat diperoleh kembali.
9. Memasukkan filtrat ke dalam corong pisah.
10. Menambahkan aquadest untuk mengikat garam-garam yang ada dalam campuran.
11. Mendistilasi filtrat untuk memisahkan pelarut dan minyak mikroalga.
12. Menghitung %*yield* yang didapatkan dan melakukan analisis GC-MS.

III.3.2. Tahapan Transesterifikasi *in situ*

Transesterifikasi yang dilakukan adalah tahapan transesterifikasi *in situ*, di mana proses ekstraksi dan proses transesterifikasi dilakukan di tempat yang sama. Tahapan-tahapannya adalah:

1. Mempersiapkan alat dan bahan
2. Menimbang mikroalga sesuai variabel yang telah ditetapkan dan memasukkannya ke dalam labu.
3. Memasukkan metanol – katalis ke dalam erlenmeyer sesuai dengan variabel yang telah ditetapkan, kemudian mencampurkan secara homogen.
4. Memasukkan campuran metanol-katalis ke labu.
5. Menyalakan dan mengatur daya *microwave* sesuai variabel yang telah ditetapkan.
6. Melakukan proses transesterifikasi *in situ* (proses yang diawali ekstraksi dan diikuti dengan reaksi).
7. Menghentikan proses transesterifikasi *in situ* ketika mencapai waktu reaksi yang telah ditetapkan.

8. Mendinginkan campuran hasil transesterifikasi *in situ* .
9. Menyaring hasil transesterifikasi dengan filtrat vakum untuk memisahkan filtrat dan residu.
10. Mencuci residu dengan 30 ml pelarut heksana: metanol (1:1 v/v) sebanyak tiga kali dengan tujuan agar FAME yang tertinggal diresidu dapat diperoleh kembali.
11. Memasukkan filtrat ke dalam corong pisah dan menambahkan heksana dengan perbandingan 1:1 (v/v), kemudian mengoyang-goyangkan campuran dan mendiamkannya selama 30 menit sehingga terbentuk 2 lapisan. Lapisan atas: heksana + FAME, sisa trigliserida, FFA dan lapisan kedua campuran metanol, air, sisa trigliserida, FFA dan gliserol.
12. Mengambil lapisan atas dan mengekstrak kembali lapisan bawah dengan menambahkan heksana dengan perbandingan 1:1 (v/v), kemudian mengoyang-goyangkan campuran dan mendiamkannya selama 30 menit sehingga terbentuk 2 lapisan. Mengambil lapisan atas lagi.
13. Mencuci lapisan atas dengan aquadest untuk mengikat sisa katalis, gliserol dan garam-garam yang ada dalam campuran.
14. Mendistilasi lapisan atas untuk memisahkan heksana dan FAME.
15. Melakukan analisis biodiesel.

III.3.3. Tahapan Transesterifikasi *in situ* dengan Penambahan *co-solvent*

Tahapan-tahapannya adalah:

1. Mempersiapkan alat dan bahan
2. Menimbang mikroalga sesuai variabel yang telah ditetapkan dan memasukkannya ke dalam labu.
3. Memasukkan metanol – katalis ke dalam erlenmeyer sesuai dengan variabel yang telah ditetapkan, kemudian mencampurkan secara homogen.

4. Memasukkan campuran metanol-katalis ke labu.
5. Memasukkan *co-solvent* yaitu heksana sebanyak 10 ml.
6. Menyalakan dan mengatur daya *microwave* sesuai variabel yang telah ditetapkan.
7. Melakukan proses transesterifikasi transesterifikasi *in situ* (proses yang diawali ekstraksi dan diikuti dengan reaksi).
8. Menghentikan proses transesterifikasi *in situ* ketika mencapai waktu reaksi yang telah ditetapkan.
9. Mendinginkan campuran hasil transesterifikasi *in situ*.
10. Menyaring hasil transesterifikasi dengan filtrat vakum untuk memisahkan filtrat dan residu.
11. Mencuci residu dengan 30 ml pelarut heksana -metanol (1:1 v/v) sebanyak tiga kali dengan tujuan agar FAME yang tertinggal diresidu dapat diperoleh kembali.
12. Memasukkan filtrat ke dalam corong pisah dan menambahkan heksana dengan perbandingan 1:1 (v/v), kemudian mengoyang-goyangkan campuran dan mendiamkannya selama 30 menit sehingga terbentuk 2 lapisan. Lapisan atas heksana + FAME, sisa trigliserida, FFA dan lapisan kedua campuran metanol, air, sisa trigliserida, FFA dan gliserol.
13. Mengambil lapisan atas dan mengekstrak kembali lapisan bawah dengan menambahkan heksana dengan perbandingan 1:1 (v/v), kemudian mengoyang-goyangkan campuran dan mendiamkannya selama 30 menit sehingga terbentuk 2 lapisan. Mengambil lapisan atas lagi.
14. Mencuci lapisan atas dengan aquadest untuk mengikat sisa katalis, gliserol dan garam-garam yang ada dalam campuran.
15. Mendistilasi lapisan atas untuk memisahkan heksana dan FAME.
16. Melakukan analisis biodiesel.

III.3.4. Tahapan Pengujian Densitas dengan Piknometer

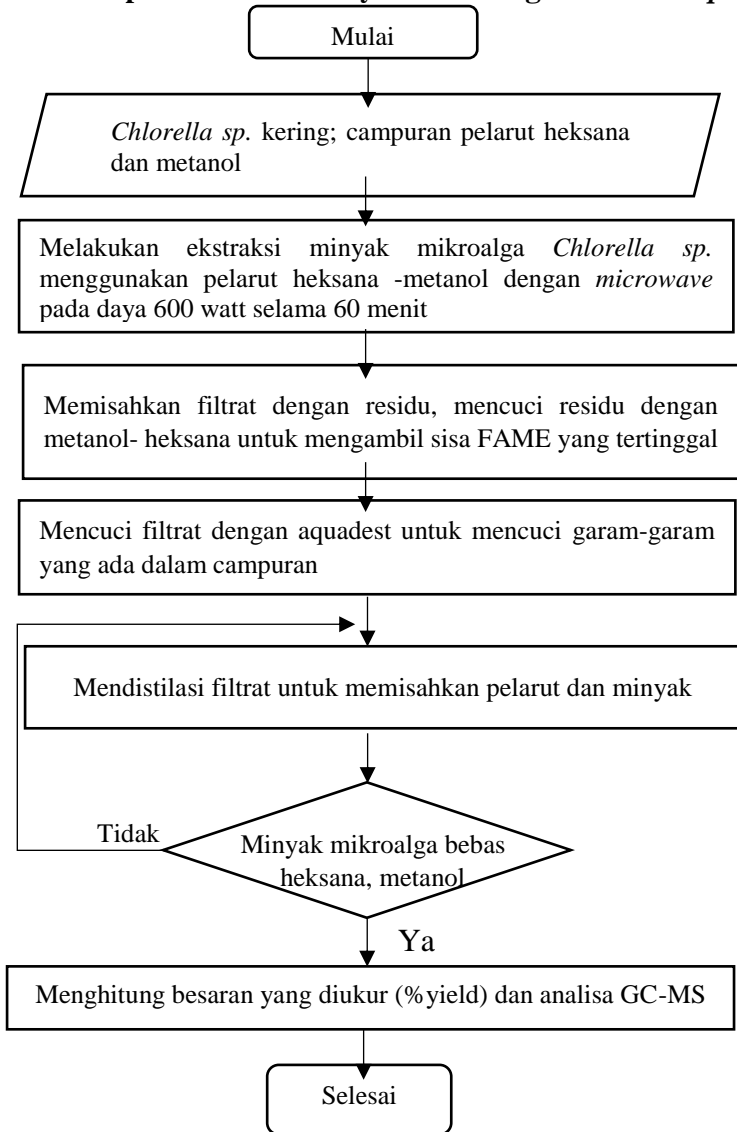
1. Menimbang massa kosong piknometer 5ml.
2. Menambahkan biodiesel ke dalam piknometer.
3. Menimbang massa piknometer yang telah terisi biodiesel.
4. Menambahkan heksana hingga memenuhi piknometer.
5. Menimbang kembali massa piknometer yang berisi biodiesel dan heksana.
6. Menghitung densitas dengan rumus yang telah ditetapkan.

III.4. Variabel Percobaan

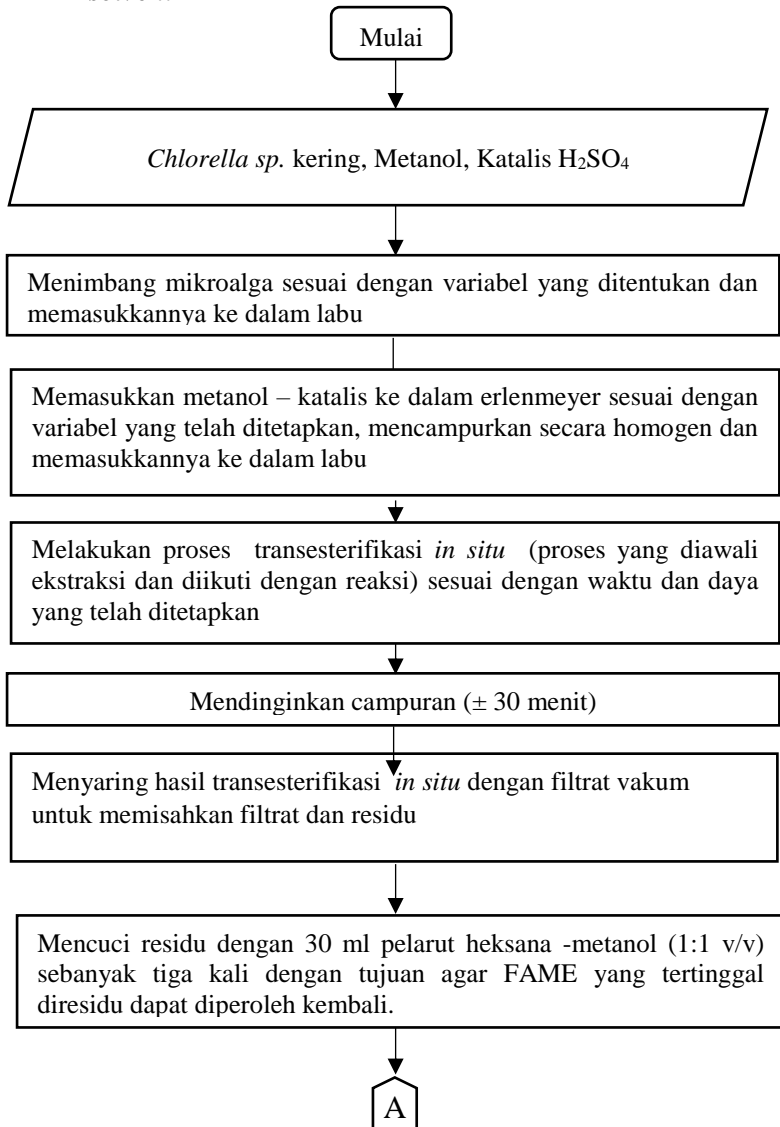
1. Kondisi operasi ekstraksi minyak mikroalga dengan *microwave*
Waktu ekstraksi : 60 menit
Daya *microwave* : 600 watt
Rasio mikroalga : pelarut : 1 : 5 (w/v)
Rasio heksana: metanol: 3 : 2 (v/v)
2. Transesterifikasi *in situ* dalam penentuan rasio biomass terhadap metanol
Rasio mikroalga : metanol : 1:5, 1:10, 1:15, 1:30 (w/v)
Konsentrasi katalis : 0,5M H₂SO₄
Daya *microwave* : 600 watt
Waktu : 30 menit
3. Variabel transesterifikasi *in-situ* dengan katalis homogen bersifat asam
Rasio mikroalga : metanol : 1:15 (w/v)
Konsentrasi Katalis : 0,5; 0,35; 0,2 M H₂SO₄
Daya *microwave* : 300, 450, 600 watt
Waktu : 30, 60, 90, 120 menit
4. Variabel transesterifikasi *in-situ* dengan katalis homogen bersifat asam dan penambahan *co-solvent*
Rasio mikroalga : metanol : 1 : 15 (w/v)
Volume *co-solvent*(heksana): 10 ml
Konsentrasi Katalis : 0,2 M H₂SO₄
Daya *microwave* : 450 watt
Waktu : 30,60,90,120 menit

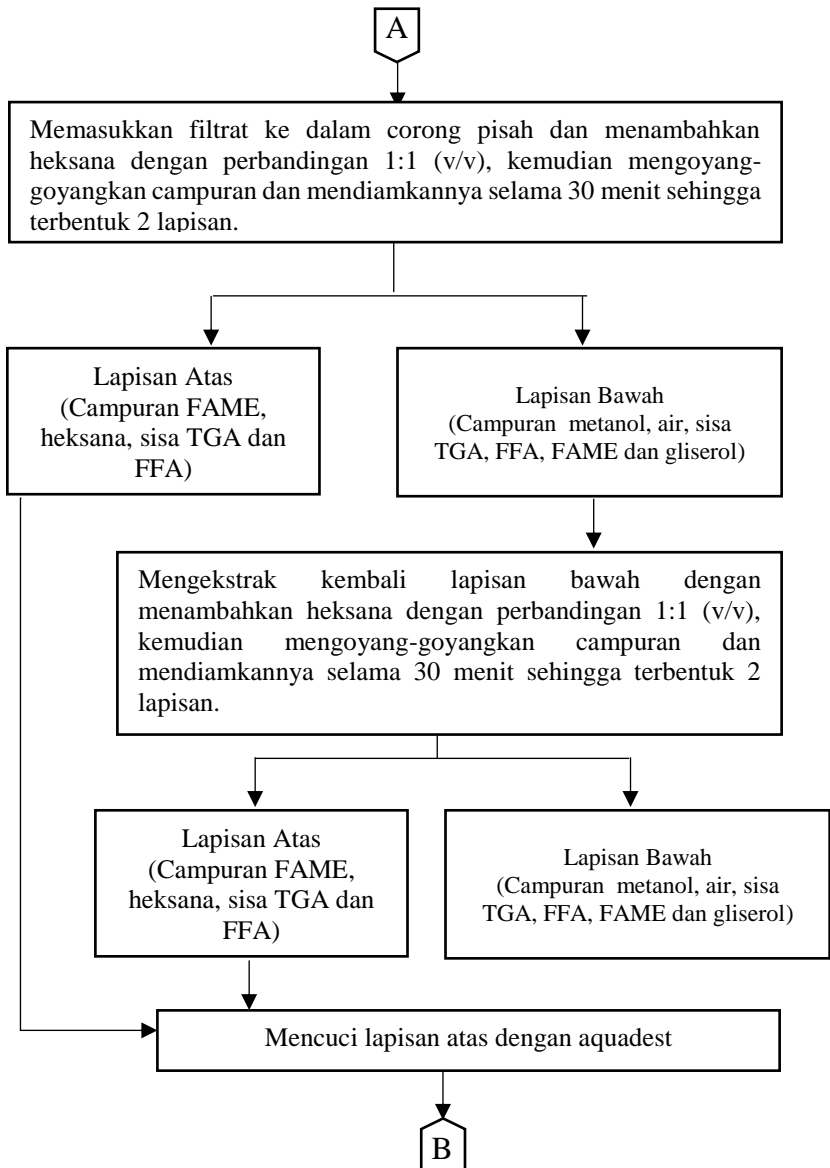
III.5. Flowchart Prosedur Penelitian

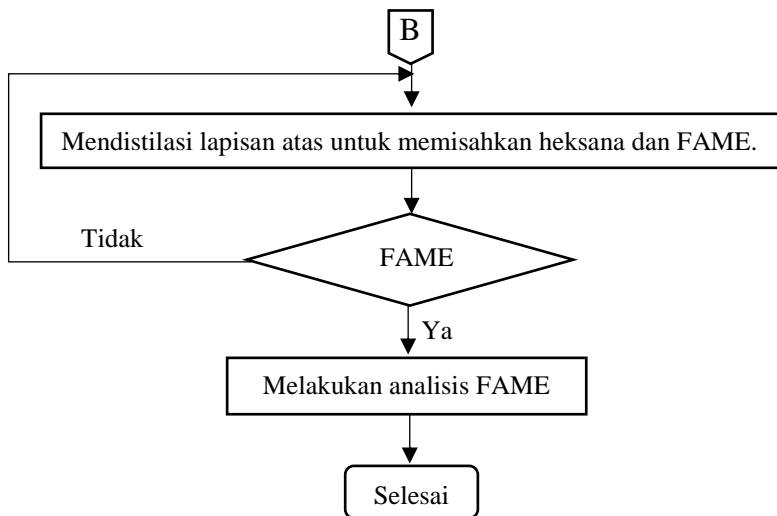
1. Tahapan Ekstraksi Minyak Mikrolaga *Chlorella sp.*



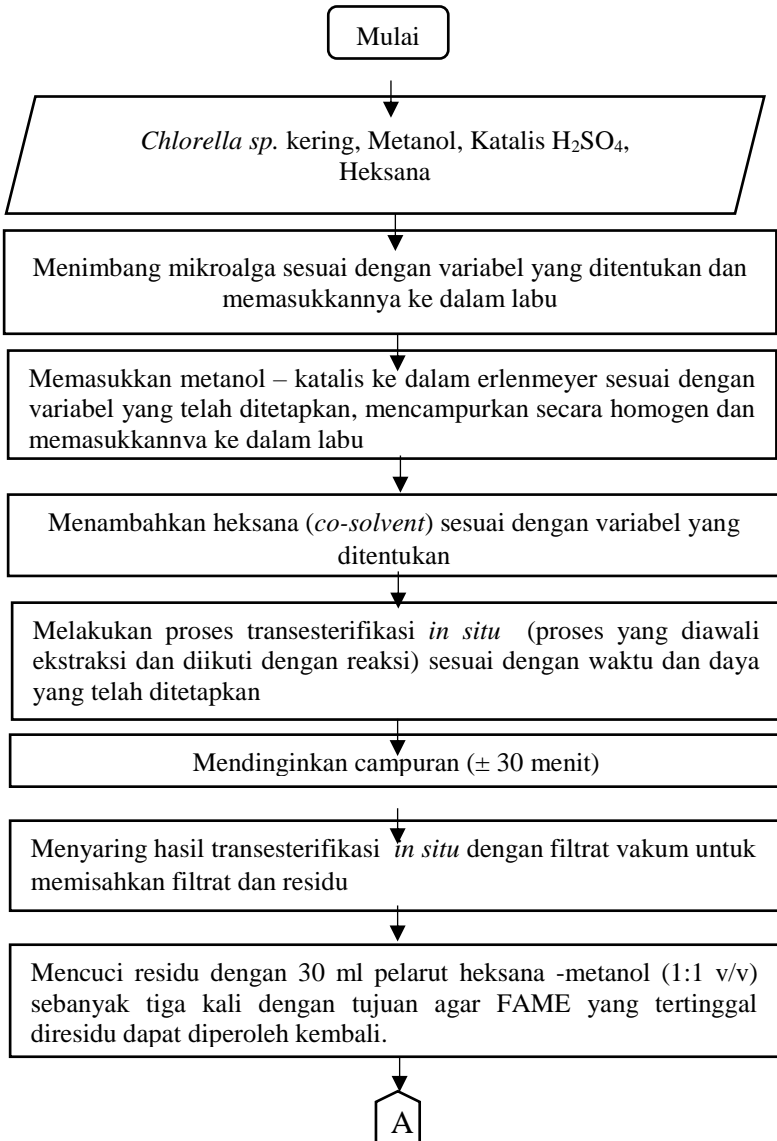
2. Tahapan Proses Transesterifikasi *In Situ* tanpa *co-solvent*

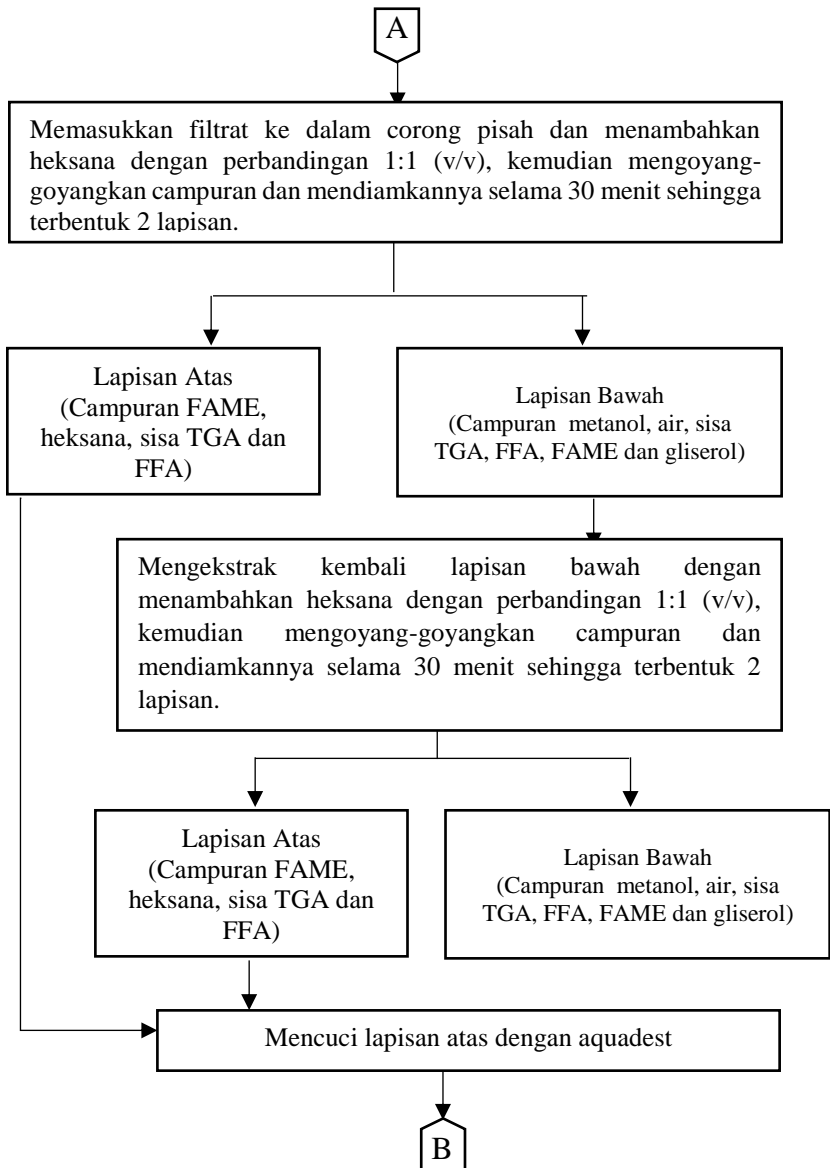


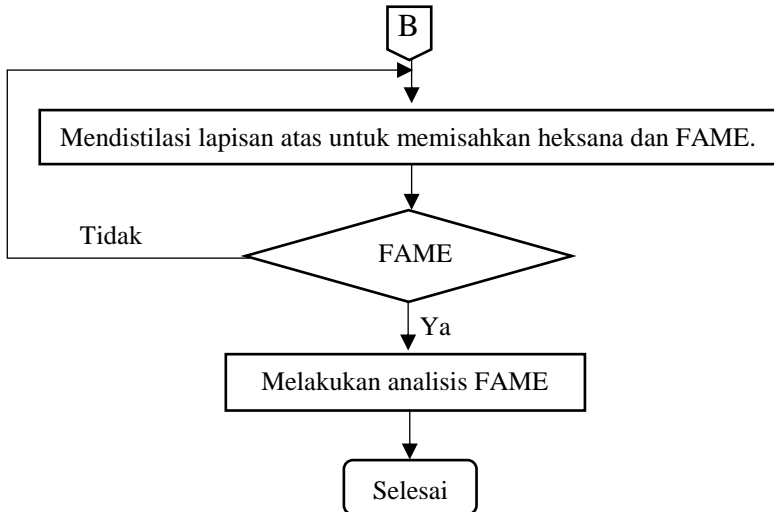




3. Tahapan Proses Transesterifikasi *In Situ* dengan Penambahan *co-solvent*







III.6. Analisa Data

Biodiesel yang diperoleh dari reaksi trans-esterifikasi minyak *Chlorella sp.* menggunakan katalis padat dianalisa dengan beberapa pengukuran untuk mengetahui kadar dan kualitas

1. *Yield* minyak mikroalga

$$Yield = \frac{\text{massa minyak mikroalga}}{\text{massa bubuk mikroalga}} \times 100\%$$

2. *Yield* biodiesel berdasarkan minyak mikroalga

$$Yield = \frac{\text{massa crude biodiesel}}{\text{massa minyak mikroalga}} \times 100\%$$

3. Densitas

$$\frac{1}{\rho_{camp.}} = \frac{X1}{\rho1} + \frac{X2}{\rho2}$$

4. GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectrophotometry)
Uji analisa GC-MS dilakukan untuk mengetahui kandungan dan komposisi dari hasil ekstraksi minyak mikroalga dan biodisel yang dihasilkan.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian “Pembuatan Biodiesel Dari Mikroalga *Chlorella sp.* dengan Metode *Microwave-Assisted Transesterification* Secara *In Situ*” ini dilakukan di Laboratorium Teknologi Proses Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS. Bahan baku yang digunakan adalah mikroalga *Chlorella sp.* yang didapatkan dari BBAP Jepara. Mikroalga *Chlorella sp.* dipilih karena dapat menghasilkan minyak 28-32 % dari berat keringnya (Chisti, 2007). Selain itu, *Chlorella sp.* termasuk salah satu kelompok alga hijau yang paling banyak jumlahnya diantara alga hijau lainnya, 90% *Chlorella sp.* hidup di air tawar dan 10% *Chlorella sp.* hidup di air laut. Dengan kandungan minyak yang cukup besar, *Chlorella sp.* berpotensi besar untuk dapat diproses menjadi biodiesel (Sopiah dkk, 2012).

Teknologi yang digunakan dalam penelitian ini menggunakan teknologi *microwave*. Teknologi ini dilaporkan sebagai teknologi yang paling sederhana dan paling efektif untuk ekstraksi lipid mikroalga dibanding beberapa metode lain. *Microwave* dapat mempercepat pemecahan dinding sel mikroalga sehingga lipid dapat dikeluarkan. Radiasi *microwave* juga merupakan proses yang lebih cepat dan lebih efisien, dimana pemanasan ini berkontribusi langsung dalam difusi molekular dan transfer masa. Metode pemanasan ini dapat dengan cepat mengekstraksi lipid dan secara simultan mengkonvesinya ke FAME atau FAEE. Adapun dua efek *microwave* dalam proses ekstraksi-transesterifikasi (*in situ*) yaitu: (1) efek thermal yang disebabkan oleh gelombang mikro akan meningkatkan properties alkohol untuk mengekstrak minyak dari biomassa alga pada suspensi (ekstraksi difusi) dan kemudian, (2) efek gelombang mikro yang luas menyebabkan terjadinya penetrasi *solvent* melewati dinding sel dan kemudian metanol terevaporasi sehingga menyebabkan sel pecah mengeluarkan minyak (Liu *et al.*, 2016).

Sehingga, teknologi tersebut merupakan salah satu teknologi alternatif yang efisien dan efektif dalam pembuatan biodiesel.

Tahapan penelitian ini dibagi menjadi 2 tahapan, yaitu: (1)ekstraksi minyak mikroalga *Chlorella sp.* dengan *microwave*. *Yield* minyak akan menjadi acuan dalam menghitung *yield* biodiesel. (2)Melakukan tahapan transesterifikasi *in situ* dengan dan tanpa *co-solvent* menggunakan *microwave* untuk menghasilkan biodiesel.

Tahapan pertama, ekstraksi minyak mikroalga *Chlorella sp.* dengan *microwave* dilakukan dengan rasio berat mikroalga terhadap pelarut yaitu 1:5; rasio volume heksana: metanol yaitu 3:2; daya *microwave* 600 watt dan waktu ekstraksi 60 menit. Tahapan kedua, transesterifikasi *in situ* tanpa *co-solvent* dilakukan dengan variabel rasio berat mikroalga dan pelarut (metanol) yaitu 1:5, 1:10,1:15 dan 1:30. Variabel lain yang digunakan adalah konsentrasi katalis H₂SO₄ 0,5; 0,35; 0,2 M, daya *microwave* 300; 450; 600 watt dan waktu reaksi 30; 60; 90; 120 menit. Untuk transesterifikasi *in situ* dengan *co-solvent* dilakukan penambahan heksana sebanyak 10 ml. Rasio berat mikroalga terhadap pelarut yaitu 1:15, konsentrasi katalis H₂SO₄ 0,2 M, daya *microwave* 450 watt dan waktu reaksi 30; 60; 90; 120 menit.

IV.1. Ekstraksi Minyak Mikroalga *Chlorella sp.*

IV.1.1. Proses Ekstraksi Minyak

Pada tahapan ini, 10,0036 gram mikrolaga *Chlorella sp.* diekstraksi menggunakan *microwave* dengan 50 ml pelarut heksana:metanol (3:2 v/v) selama 60 menit dengan daya *microwave* 600 watt. Pelarut yang digunakan merupakan campuran antara pelarut non-polar yaitu heksana dan pelarut polar yaitu metanol. Penggunaan campuran pelarut ini dimaksudkan agar proses ekstraksi berlangsung lebih maksimal, dimana pelarut non polar akan mengikat molekul non polar dan pelarut polar akan mengikat molekul polar juga. Perbandingan pelarut heksana:metanol (3:2 v/v) didasarkan pada penelitian yang telah dilakukan oleh Piasecka (2013). Dalam penelitian tersebut, diperoleh hasil ekstraksi minyak

mikroalga dengan *yield* yang cukup tinggi yaitu 22% dengan menggunakan metode pemanasan *microwave*. Setelah proses ekstraksi dilakukan dengan *microwave*, hasil ekstraksi kemudian difiltrasi dengan filtrat vakum untuk memisahkan residu (endapan) dan filtratnya. Residu kemudian dicuci dengan 30 ml pelarut heksana:metanol (1:1 v/v) sebanyak tiga kali dengan tujuan agar minyak yang tertinggal diresidu dapat diperoleh kembali. Selanjutnya, filtrat kemudian dicuci dengan aquadest untuk mengikat garam-garam. Filtrat yang telah dicuci kemudian didistilasi untuk memisahkan pelarut dan minyak mikroalga. Berdasarkan hasil analisis, persen *yield* minyak yang diperoleh yaitu 11,37% dari berat keringnya. Sehingga, hasil ini menjadi dasar penentuan *yield* biodiesel.

IV.1.2. Karakteristik Minyak Mikroalga *Chlorella sp.*

Setelah dilakukan ekstraksi minyak, selanjutnya dilakukan analisis *Gas Chromatography-Mass Spectrofotometry* (GC-MS) untuk hasil tersebut. Analisis GC-MS bertujuan untuk mengetahui komponen-komponen yang terkandung di dalam minyak mikroalga. Adapun Tabel IV.1. menunjukkan hasil analisis GC-MS tersebut.

Berdasarkan hasil analisis GC-MS tersebut, diketahui bahwa komposisi asam lemak minyak mikroalga *Chlorella sp.* terdiri dari kelompok asam lemak jenuh (*Saturated Fatty Acid*) : asam palmitat (C16:0); asam stearat (C18:0) , kelompok asam lemak tidak jenuh tunggal (*Mono Unsaturated Fatty Acid*): asam oleat (C18:1), kelompok asam lemak tidak jenuh jamak (*Poly Unsaturated Fatty Acid*): asam linoleat (C18:2), dengan total luas area mencapai 22,53%. Adapun penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh Harrington (1986) dan Widianingsih (2013), menyatakan jika minyak tumbuhan yang digunakan dalam memproduksi biodiesel haruslah mempunyai asam lemak C16 dan C18. Sehingga, berdasarkan hasil analisis GC-MS yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa minyak mikroalga *Chlorella sp.* berpotensi untuk dikonversikan menjadi biodiesel.

Tabel. IV.1. Komposisi Asam Lemak dari Minyak Mikroalga *Chlorella sp.*

Asam Lemak	Rumus molekul FAME	Normalisasi Area (%)
Asam Palmitat (C16:0)	$C_{16}H_{32}O_2$	43,44
Asam Linoleat (C18:2)	$C_{18}H_{30}O_2$	6,35
Asam Oleat (C18:1)	$C_{18}H_{34}O_2$	44,35
Asam Stearat (C18:0)	$C_{18}H_{36}O_2$	5,86
Total <i>Saturated Fatty Acid</i> (SFA)		49,30
Total <i>Unsaturated Fatty Acid</i>		50,70
Total <i>Mono Unsaturated Fatty Acid</i> (MUFA)		44,35
Total <i>Poli Unsaturated Fatty Acid</i> (PUFA)		6,35

IV.2. Transesterifikasi *In Situ* Mikrolaga *Chlorella sp.*

Penelitian ini menggunakan proses transesterifikasi *in situ* dalam menghasilkan biodiesel. Kelebihan proses transesterifikasi *in situ* yaitu proses ini menyederhanakan proses pembuatan biodiesel, mengurangi unit operasi sehingga mengurangi harga produksi biodiesel. Transesterifikasi *in situ* merupakan cara yang efisien untuk mengkonversi langsung minyak menjadi biodiesel, dengan cara mengeliminasi proses ekstraksi yang merupakan metode konvensional. Penggunaan *microwave* dalam proses transesterifikasi *in situ* akan memperpendek waktu reaksi dan juga mengurangi penggunaan *solvent* (Liu *et al.*, 2016).

Adapun mekanisme transesterifikasi *in situ* dalam percobaan ini terjadi secara simultan, dimana lipid/minyak yang terekstrak secara simultan dikonversi ke FAME. Adapun efek pemanasan dengan *microwave* yaitu: (1) efek thermal yang disebabkan oleh gelombang mikro akan meningkatkan properti alkohol untuk mengekstrak minyak dari biomassa alga pada suspensi (ekstraksi difusi) dan kemudian, (2) efek gelombang mikro yang luas menyebabkan terjadinya penetrasi *solvent* melewati dinding sel dan kemudian metanol berevaporasi sehingga menyebabkan sel pecah dan mengeluarkan minyak, (3) minyak

yang dihasilkan akan dikonversikan menjadi biodiesel dengan bantuan katalis.

Transesterifikasi *in situ* dalam penelitian ini menggunakan bahan berupa bubuk mikroalga, metanol yang bertindak sebagai pengeksrak sekaligus reaktan, dan menggunakan katalis homogen yang bersifat asam yaitu H_2SO_4 . Penggunaan metanol sebagai reaktan sebab metanol bersifat polar dan memiliki rantai alkohol yang lebih pendek. Penggunaan katalis homogen H_2SO_4 disebabkan H_2SO_4 lebih efektif dalam mengkonversi asam lemak bebas (FFA) menjadi FAME (Ejikeme *et al.*, 2010). Selain itu Bila dibandingkan dengan katalis basa, *yield* dengan katalis asam akan lebih tinggi (Laurens, L.L *et al*, 2012). Katalis basa mungkin tidak dapat masuk ke dalam dinding sel mikroalga yang lebih tebal dan mengakibatkan asam lemak bebas mengalami proses saponifikasi selama proses transesterifikasi berlangsung (Tang *et al.*, 2016).). Selain itu penggunaan katalis asam kuat H_2SO_4 juga membantu dalam pemecahan dinding sel dari mikroalga. Salam *et al.* (2016), mengatakan bahwa dalam transesterifikasi *in situ* dihasilkan *yield* yang lebih banyak dengan menggunakan katalis H_2SO_4 karena asam dapat terlibat dalam reaksi lain seperti hidrolisa karbohidrat. Adapun penyusun dinding sel mikroalga *Chlorella* 80 % adalah karbohidrat (Almenara dan Pinto 2011).

Transesterifikasi awal dilakukan dengan memvariasikan biomassa terhadap pelarut (metanol) untuk menentukan perbandingan terbaik biomassa:metanol. Penelitian menggunakan bubuk mikroalga (biomass) sebanyak 10 gram dengan perbandingan metanol sesuai variabel yang ditetapkan yaitu 1:5; 1:10; 1:15 dan 1:30 (wt/vol). Transesterifikasi dilakukan pada konsentrasi H_2SO_4 0,5M, daya *microwave* 600 watt dan waktu reaksi 30 menit. Rasio yang memberikan hasil terbaik (1:15 wt/vol) digunakan dalam transesterifikasi pada variabel konsentrasi, daya *microwave* dan waktu reaksi selanjutnya.

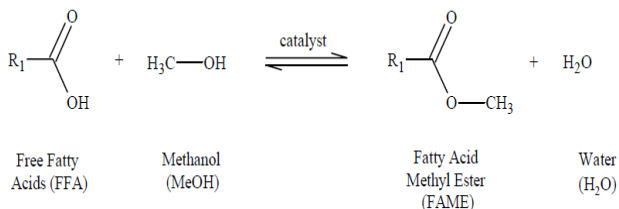
Transesterifikasi kemudian dilakukan dengan rasio biomassa:metanol 1:15 (wt/vol) yang tetap dan dengan memvariasikan konsentrasi katalis, daya *microwave* dan waktu

reaksi. Penelitian diawali dengan menimbang bubuk mikroalga sebanyak 10 gram dan memasukkannya ke dalam labu. Selanjutnya memasukkan metanol sebanyak 150 ml ke dalam erlenmeyer. Kemudian menambahkan katalis H_2SO_4 sesuai dengan variabel yang telah ditetapkan. Adapun variabel konsentrasi katalis H_2SO_4 yang digunakan yaitu 0,2; 0,35; 0,5 M. Variabel konsentrasi katalis H_2SO_4 0,5M (tertinggi), mengacu pada penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh *Cao et al.* (2013), di mana *yield* biodiesel tertinggi yaitu 92,5% yang berasal mikroalga *Chlorella pyrenoidosa* diperoleh dengan konsentrasi H_2SO_4 0,5M dalam metanol. Adapun penggunaan katalis asam dalam proses ini akan memiliki beberapa keuntungan yaitu tidak sensitif pada kandungan FFA dan air pada minyak, esterifikasi dan transesterifikasi dapat berlangsung secara bersamaan, saponifikasi dapat dihindari, *yield* biodiesel lebih tinggi. Setelah memasukkan metanol-katalis ke dalam erlenmeyer, selanjutnya menghomogenkan kedua larutan tersebut. Kemudian memasukkan larutan yang telah homogen ke dalam labu leher dua.

Proses selanjutnya, yaitu melakukan transesterifikasi *in situ* dengan menggunakan *microwave*. Adapun variabel yang digunakan dalam proses ini meliputi variabel daya yaitu 300;450; 600 watt dan variabel waktu reaksi 30; 60; 90; 120 menit. Pemilihan variabel waktu dengan waktu yang cukup lama disebabkan oleh penggunaan katalis dalam proses ini. Dimana, transesterifikasi dengan katalis asam membutuhkan waktu reaksi yang lebih lama. Pemilihan variabel waktu juga didasari dengan penelitian sebelumnya, seperti yang telah dilakukan oleh *Cao et al.* (2013), di mana biodiesel dengan *yield* terbaik diperoleh dengan pemanasan konvensional pada suhu 120°C dan waktu reaksi 180 menit.

Reaksi utama yang terjadi dalam proses pembuatan biodiesel ini yaitu reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi dengan katalis asam. Reaksi esterifikasi merupakan sintesis ester dari reaktan asam karboksilat dan alkohol dengan bantuan katalis asam seperti asam sulfat, asam sulfat organik atau resin penukar

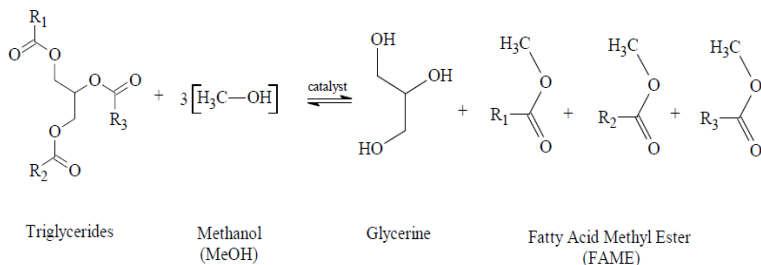
kation asam kuat. Mekanisme reaksi esterifikasi dapat dilihat pada Gambar VI.1.



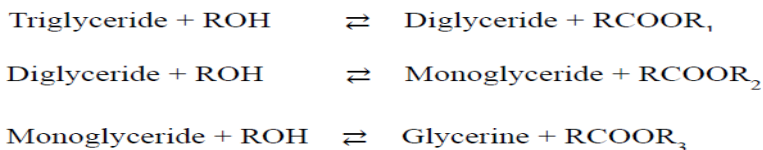
Gambar IV.1. Mekanisme reaksi esterifikasi dengan katalis asam

Dalam proses esterifikasi, katalis asam akan berperan untuk mengkonversi FFA yang terkandung dalam minyak mikroalga untuk menjadi *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME). Dengan adanya konversi tersebut maka *yield* akhir produk akhir juga akan semakin meningkat. Setelah proses esterifikasi selesai, proses dilanjutkan dengan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis asam.

Melalui reaksi transesterifikasi, trigliserida dalam minyak bereaksi dengan alkohol menghasilkan biodiesel atau FAME (*fatty acid methyl ester*) dengan bantuan katalis (Manurung, 2006). Reaksi transesterifikasi ini menghasilkan produk samping berupa gliserin (Jaichandar, 2001). Adapun skema reaksi transesterifikasi ditunjukkan seperti pada Gambar IV.2 dan langkah-langkah reaksi tersebut ditunjukkan pada Gambar IV.3.



Gambar VI.2. Skema reaksi transesterifikasi menggunakan metanol, R_1 , R_2 dan R_3 adalah jenis asam lemak yang berikatan membentuk trigliserida



Gambar IV.3. Langkah-langkah konversi trigliserida menjadi *fatty acid alkyl ester* (FAME) dan *glycerine*. R adalah gugus alkil dari alkohol

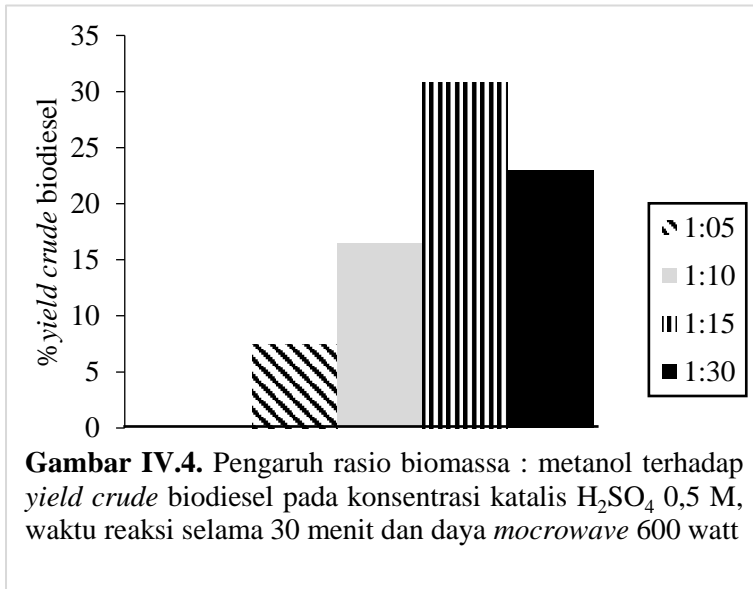
Setelah reaksi selesai, langkah selanjutnya yaitu mendinginkan campuran hasil transesterifikasi. Pendinginan bertujuan untuk mencegah terjadinya penguapan *solvent* (metanol) dalam pemisahan filtrat dan residu pada tahap selanjutnya. Pendinginan dilakukan selama ± 30 menit. Selanjutnya, menyaring hasil transesterifikasi dengan filtrat vakum untuk memisahkan filtrat dan residu, mencuci residu dengan 30 ml pelarut heksana : metanol (1:1 v/v) sebanyak tiga kali dengan tujuan agar FAME yang tertinggal diresidu dapat diperoleh kembali. Penggunaan pelarut campuran heksana dan metanol, bertujuan agar memaksimalkan proses pengikatan sisa FAME dalam residu. Kemudian, memasukkan filtrat ke dalam corong pisah dan menambahkan heksana dengan perbandingan 1:1 (v/v), kemudian mengoyang-goyangkan campuran dan mendiarkannya selama 30 menit sehingga terbentuk 2 layer. Layer atas: n-heksana + FAME,

sisa trigliserida, FFA dan layer kedua campuran metanol, air, sisa trigliserida, FFA dan gliserol. Selanjutnya, mengambil layer atas, kemudian mengekstrak kembali layer bawah dengan menambahkan heksana dengan perbandingan 1:1 (v/v), kemudian mengoyang-goyangkan campuran dan mendinginkannya selama 30 menit sehingga terbentuk 2 layer, selanjutnya mengambil layer atas kembali.

Proses selanjutnya yaitu mencuci layer atas dengan aquadest untuk mengikat sisa katalis, gliserol dan garam-garam yang ada dalam campuran. Penambahan aquadest ini juga bertujuan untuk menghentikan jalannya reaksi transesterifikasi. Kemudian, mendistilasi layer atas untuk memisahkan heksana dan FAME. Langkah selanjutnya, menghitung melakukan analisis terhadap FAME yang dihasilkan.

IV.3. Pengaruh Rasio Berat Mikroalga dan Metanol Terhadap Yield Crude Biodiesel

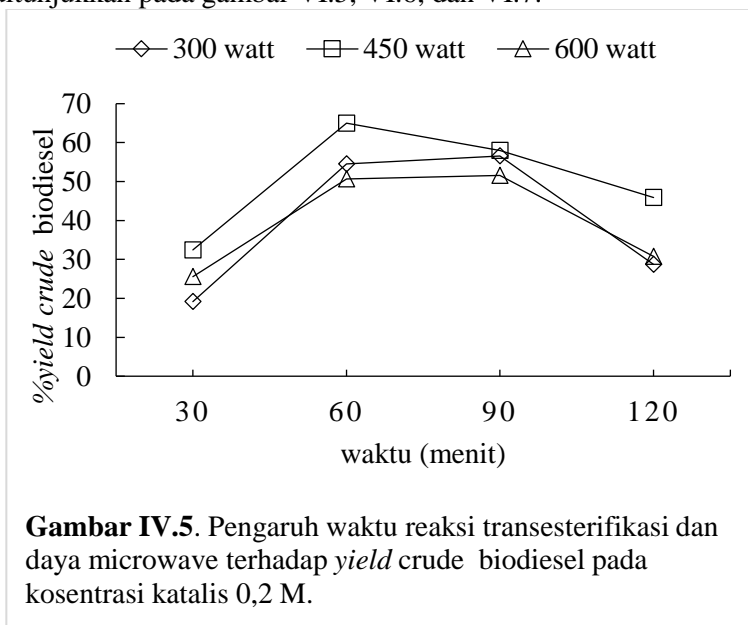
Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi ekuilibrium dengan keberadaan eksese alkohol yang besar dalam reaksi langsung pembentukan ester (Refaat, 2009; El-Shimi *et al.*, 2013; Meher *et al.*, 2016). Rasio biomassa terhadap alkohol harus diperhatikan agar reaksi dapat berlangsung. Rasio biomassa terhadap alkohol merupakan variabel yang sangat penting untuk mempercepat reaksi transesterifikasi. Adapun stokiometri untuk reaksi transesterifikasi ini yaitu 3 mol alkohol per satu mol trigliserida sehingga dapat menghasilkan 1 mol gliserol dan 3 mol methyl ester.



Gambar IV.4. memperlihatkan pengaruh rasio biomassa : metanol terhadap *yield crude* biodiesel pada konsentrasi katalis H_2SO_4 0,5 M, waktu reaksi 30 menit dan daya *microwave* 600 watt. Berdasarkan hasil percobaan yang telah dilakukan *yield crude* biodiesel yang diperoleh pada rasio 1:5, 1:10, 1:15 dan 1:30 berturut-turut yaitu 7,45%, 16,50%, 30,78% dan 22,93%. Berdasarkan data ini, dapat dinyatakan jika ekse metanol akan memberikan efek peningkatan *yield* biodiesel, sedangkan pada rasio 1:30 dan lebih lebih besar dari 1:30 akan memberikan efek penurunan *yield* biodiesel. Hal ini dapat terjadi, ketika gliserin terdapat dalam campuran reaksi yang dapat mengakibatkan ekuilibrium bergeser pada pembentukan trigliserida sehingga mengurangi *yield* ester (Schwab *et al.*, 1987).

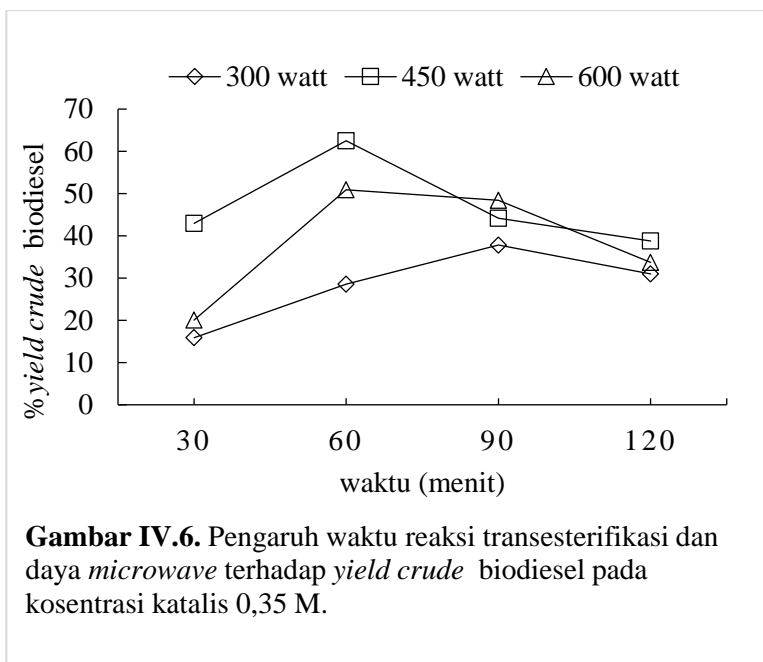
IV.4. Pengaruh Waktu Reaksi dan Daya *Microwave* Terhadap *Yield Crude Biodiesel*

Waktu reaksi dan daya *microwave* merupakan variabel yang berperan penting dalam konversi minyak menjadi produk FAME (biodiesel). Dalam pembahasan ini, akan dipelajari efek waktu reaksi 30, 60, 90 dan 120 menit pada berbagai daya *microwave* 300, 450 dan 600 watt. Berdasarkan hasil percobaan, data pengaruh waktu reaksi transesterifikasi *in situ* dan daya *microwave* terhadap *yield crude* biodiesel pada berbagai konsentrasi ditunjukkan pada gambar VI.5, VI.6, dan VI.7.



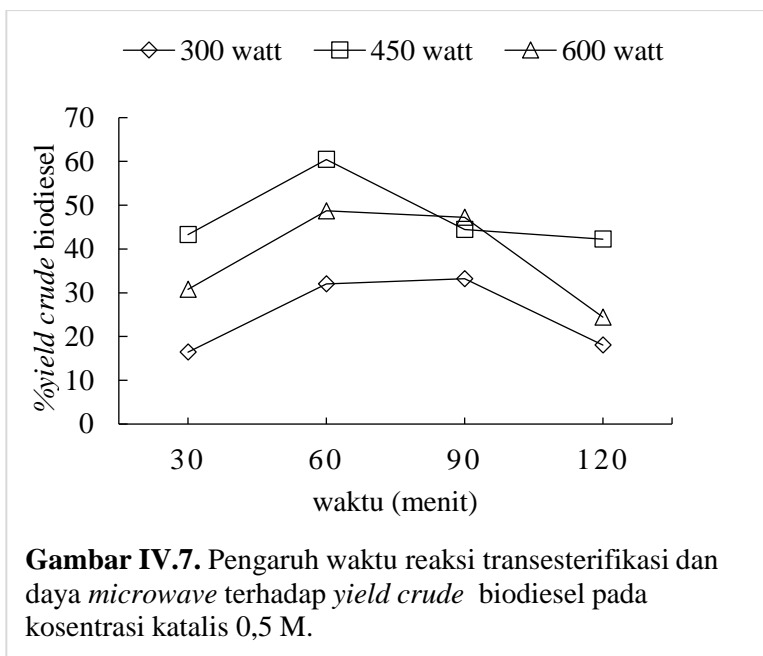
Gambar IV.5 menunjukkan hasil dari proses transesterifikasi pada kondisi operasi dengan konsentrasi katalis 0,2 M dan pada berbagai variasi daya yaitu 300 watt, 450 watt dan 600 watt. Pada daya 300 watt *yield crude* biodiesel meningkat dari waktu reaksi 30 menit hingga 90 menit. *Yield* yang diperoleh berturut-turut yaitu 19,15%, 54,51% dan 56,56%. *Yield* biodiesel

tidak akan mengalami peningkatan ketika reaksi telah mencapai kondisi equilibrium (Tang *et al.*, 2016). Sehingga pada waktu reaksi 90 menit, reaksi telah mencapai kondisi equilibrium dan merupakan waktu reaksi optimum.. Pada menit selanjutnya, 120 menit, *yield* biodiesel mengalami penurunan yaitu 28,74%. Sehingga dapat dinyatakan jika dengan waktu reaksi lebih lama, pembuatan biodiesel menjadi tidak efisien. Pernyataan ini didukung oleh Patil *et al.* (2011), yang menyatakan jika waktu reaksi yang terlalu lama mengakibatkan pemanasan berlebih pada reaksi, hilangnya *solvent* dengan jumlah besar, pembentukan by produk, dan hilangnya energi pada proses. Pada daya 450 watt, *yield crude* biodiesel meningkat dari waktu reaksi 30 menit hingga 60 menit. *Yield* yang diperoleh berturut-turut yaitu 32,44% dan 65,00%. Berdasarkan hal ini dapat disimpulkan jika semakin tinggi daya (temperatur reaksi) maka semakin singkat waktu untuk mencapai *yield* tertinggi. Pernyataan ini juga didukung dengan hasil yang sama dari penelitian yang dilakukan oleh P.Li *et al.* (2011). Pada waktu reaksi 60 menit dengan *yield* 65,00% ini, reaksi telah mencapai kondisi equilibriumnya dan pada kondisi inilah diperoleh *yield* yang tertinggi dibanding pada daya 450 watt dengan konsentrasi 0,35 dan 0,5M . Pada waktu reaksi 90, 120 menit *yield* mengalami penurunan berturut-turut yaitu 58,02% dan 45,91%. Pada daya 600 watt, *yield crude* biodiesel meningkat dari waktu reaksi 30 menit hingga 90 menit. Dengan *yield* yang diperoleh berturut-turut yaitu 25,57%, 50,67% dan 51,58%. Sehingga mencapai kondisi optimum di waktu 90 menit. Pada waktu reaksi 120 menit, *yield* mengalami penurunan yaitu 30,79%. Pada daya 600 watt ini juga menunjukkan jika rata-rata *yield* yang diperoleh lebih sedikit dibanding daya 450 watt.



Gambar IV.6 menunjukkan hasil dari proses transesterifikasi pada kondisi operasi dengan konsentrasi katalis 0,35M dan pada berbagai variasi daya yaitu 300 watt, 450 watt dan 600 watt. Pada daya 300 watt *yield crude* biodiesel meningkat dari waktu reaksi 30 menit hingga 90 menit. *Yield* yang diperoleh berturut-turut yaitu 15,88%, 28,52% dan 37,38%. Pada waktu reaksi 90 menit, reaksi telah mencapai kondisi equilibrium dan merupakan waktu reaksi optimum. Pada menit selanjutnya, 120 menit, *yield* biodiesel mengalami sedikit penurunan yaitu 31,01%. Pada daya 450 watt *yield crude* biodiesel meningkat dari waktu reaksi 30 menit hingga 60 menit. *Yield* yang diperoleh berturut-turut yaitu 42,98% dan 62,51%. Pada waktu reaksi 60 menit, reaksi telah mencapai kondisi equilibriumnya. Pada waktu reaksi 90, 120 menit *yield* mengalami penurunan yang cukup signifikan. Dengan *yield* yang diperoleh berturut-turut yaitu 44,18% dan 38,77%. Sedangkan pada daya 600 watt, , *yield crude* biodiesel meningkat

dari waktu reaksi 30 menit hingga 60 menit. Dengan *yield* yang diperoleh berturut-turut yaitu 20,06% dan 50,89%. Sehingga mencapai kondisi optimum di waktu 60 menit. Pada waktu reaksi 90 menit, *yield* mengalami sedikit penurunan yaitu 48,43%. Sedangkan pada menit 120 menit, *yield* yang diperoleh yaitu 33,72. Namun, pada daya 600 watt ini juga menunjukkan jika rata-rata *yield* yang diperoleh lebih sedikit dibanding daya 450 watt.



Gambar IV.7. menunjukkan hasil dari proses transesterifikasi pada kondisi operasi dengan konsentrasi katalis 0,5M dan pada berbagai daya yaitu daya 300 watt, 450 watt dan 600 watt. Pada daya 300 watt *yield crude* biodiesel meningkat dari waktu reaksi 30 menit hingga 90 menit. *Yield* yang diperoleh berturut-turut yaitu 16,43%, 31,98% dan 33,20%. Sehingga pada waktu reaksi 90 menit, reaksi telah mencapai kondisi equilibrium dan merupakan waktu reaksi optimum. Pada menit selanjutnya, 120

menit, *yield* biodiesel cenderung mengalami penurunan. Adapun *yield* yang diperoleh pada menit ke 120 menit yaitu 18,02%. Pada daya 450 watt *yield crude* biodiesel meningkat dari waktu reaksi 30 menit hingga 60 menit. *Yield* yang diperoleh berturut-turut yaitu 43,30% dan 60,43%. Pada waktu reaksi 60 menit, reaksi telah mencapai kondisi equilibriumnya. Pada waktu reaksi 90, 120 menit *yield* mengalami penurunan yang cukup signifikan. Dengan *yield* yang diperoleh berturut-turut yaitu 44,47% dan 42,23%. Sedangkan pada daya 600 watt, *yield crude* biodiesel meningkat dari waktu reaksi 30 menit hingga 60 menit. Dengan *yield* yang diperoleh berturut-turut yaitu 30,78% dan 48,72%. Sehingga mencapai kondisi optimum di waktu 60 menit. Pada waktu reaksi 90 menit, *yield* mengalami sedikit penurunan yaitu 47,25%. Sedangkan pada menit 120 menit, *yield* mengalami penurunan yang cukup signifikan yaitu 24,43%. Namun, pada daya 600 watt ini, *yield* yang diperoleh lebih sedikit dibanding daya 450 watt.

Berdasarkan ketiga grafik tersebut, pada konsentrasi katalis 0,2; 0,35 dan 0,5M H₂SO₄, kondisi optimum dapat dicapai dengan menggunakan daya *microwave* 450 watt. Dalam hal ini, daya *microwave* akan memberi pengaruh pada kestabilan dan kenaikan temperature reaksi. Ketidakstabilan temperatur yang paling signifikan terjadi pada daya 300 watt, dibanding daya 450 dan 600 watt. Dan berdasarkan data yang diperoleh, daya 600 watt memberikan temperature yang lebih tinggi dibandingkan pada daya yang lainnya. Temperature yang tinggi dapat membantu pemecahan dinding sel dan membuat kontak antara metanol dan lipid lebih mudah dan menghasilkan *yield* yang lebih tinggi. Namun, penggunaan temperature yang terlalu tinggi juga dapat menyebabkan sebagian minyak terbakar. Pernyataan ini didukung oleh penelitian oleh P.Li *et al* (2011) dan X.Miao *et al* (2006). Pada temperatur yang tinggi juga, metanol akan menguap dan menghambat proses transesterifikasi (Tang *et al* 2016). Sehingga pada daya yang lebih tinggi, proses transesterifikasi menjadi tidak efisien. Kondisi ini seperti yang ditunjukkan pada grafik di atas,

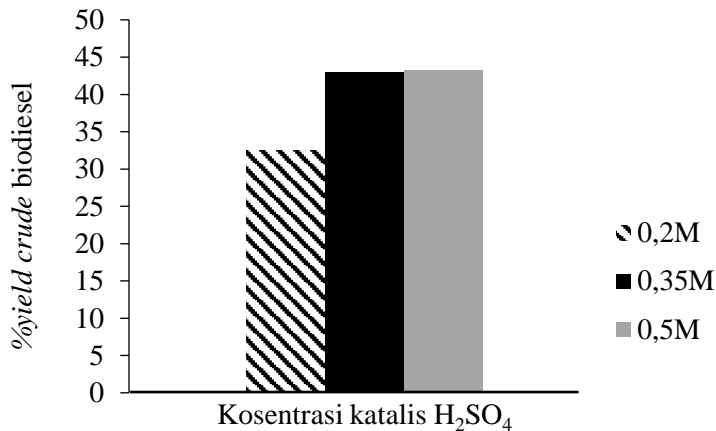
yield crude biodiesel pada daya 450 watt lebih tinggi bila dibandingkan daya 600 watt (temperature yang lebih tinggi).

Berdasarkan ketiga grafik tersebut juga dapat dilihat jika kecenderungan grafik pada konsentrasi 0,2; 0,35 dan 0,5M hampir sama. Rata-rata pada daya 300 watt, *yield crude* biodiesel meningkat dari waktu reaksi 30 menit hingga 90 menit. Pada daya 450 watt, *yield crude* biodiesel meningkat dari waktu reaksi 30 menit hingga 60 menit. Sedangkan pada daya 600 watt, *yield crude* biodiesel meningkat dari waktu reaksi 30 menit hingga 60 menit pada konsentrasi 0,35M dan 0,5M. Sedangkan pada konsentrasi 0,2M *yield crude* biodiesel meningkat dari waktu reaksi 30 menit hingga 90 menit. Adapun *yield* tertinggi dalam penelitian ini yaitu sebesar 65,00% yang diperoleh pada konsentrasi 0,2M dengan penggunaan daya 450 watt. Berdasarkan grafik di atas juga dapat disimpulkan penggunaan daya yang lebih efisien berturut-turut yaitu 450 watt, 600 watt dan 300 watt. Namun pada konsentrasi 0,2M, daya 300 watt dan 600 watt menunjukkan hasil yang hampir sama.

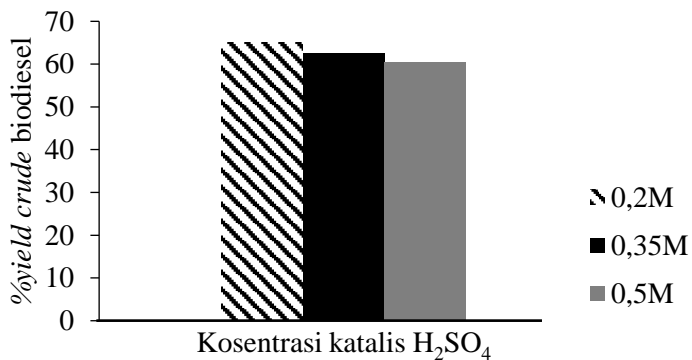
IV.5. Pengaruh Konsentrasi Katalis H_2SO_4 dan Waktu Reaksi Terhadap *Yield* Produk Biodiesel

Konsentrasi katalis merupakan variabel yang berperan penting dalam konversi minyak menjadi produk FAME (biodiesel). Dalam penelitian ini digunakan konsentrasi katalis H_2SO_4 yaitu 0,2; 0,35; 0,5M dalam metanol. Pada pembahasan ini akan dipelajari efek konsentrasi katalis hanya pada daya 450 watt (daya optimum dalam proses transesterifikasi).

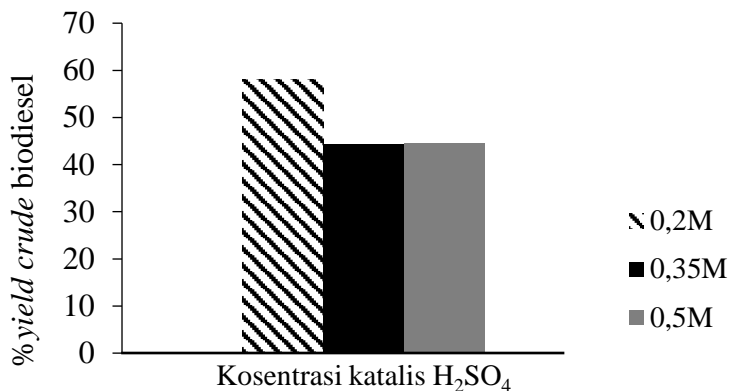
Gambar IV.8. menunjukkan pengaruh konsentrasi katalis H_2SO_4 dan waktu reaksi terhadap *yield crude* biodiesel pada waktu reaksi 30 menit dan pada daya 450 watt. Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan, nilai konsentrasi yang semakin meningkat akan meningkatkan *yield crude* biodiesel yang terbentuk. *Yield* yang diperoleh berturut-turut yaitu 32,44%, 42,98 dan 43,30%. Pada konsentrasi 0,35M dan 0,5M *yield* tidak terlalu mengalami kenaikan yang signifikan.



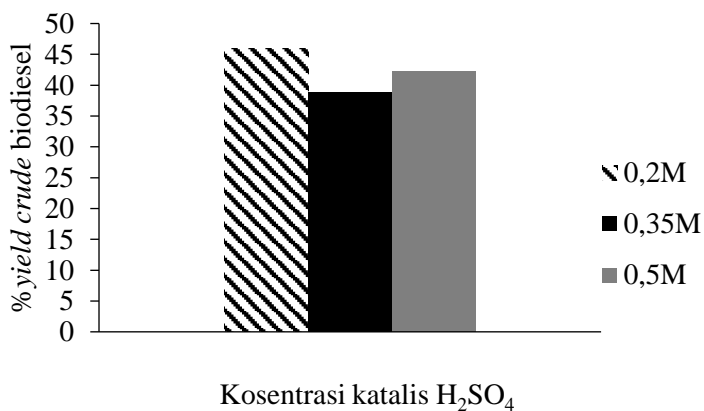
Gambar IV.8. Pengaruh konsentrasi katalis H_2SO_4 dan waktu reaksi terhadap *yield crude* biodiesel pada waktu reaksi 30 menit



Gambar IV.9. Pengaruh konsentrasi katalis H_2SO_4 dan waktu reaksi terhadap *yield crude* biodiesel pada waktu reaksi 60 menit



Gambar IV.10. Pengaruh konsentrasi katalis H_2SO_4 dan waktu reaksi terhadap *yield crude* biodiesel pada waktu reaksi 90 menit



Gambar IV.11. Pengaruh konsentrasi katalis H_2SO_4 dan waktu reaksi terhadap *yield crude* biodiesel pada waktu reaksi 120 menit

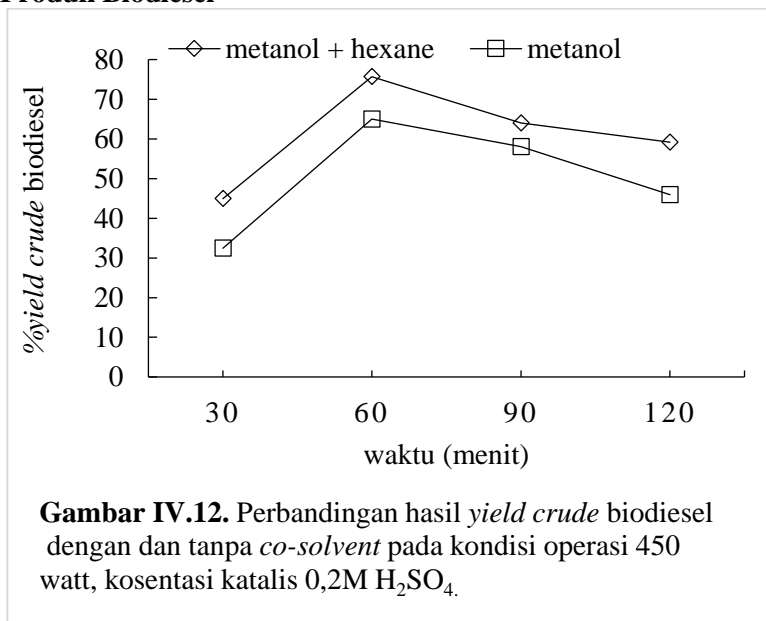
Gambar IV.9. menunjukkan pengaruh konsentrasi katalis H_2SO_4 dan waktu reaksi terhadap *yield crude* biodiesel pada waktu reaksi 60 menit dan pada daya 450 watt. Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan, nilai konsentrasi yang semakin meningkat akan menurunkan *yield crude* biodiesel yang terbentuk. *Yield* yang diperoleh berturut-turut yaitu 65,00%, 62,51% dan 60,43%.

Gambar IV.10. menunjukkan pengaruh konsentrasi katalis H_2SO_4 dan waktu reaksi terhadap *yield crude* biodiesel pada waktu reaksi 90 menit dan pada daya 450 watt. Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan, konsentrasi katalis terhadap *yield* memberikan pengaruh yang bervariasi. *Yield* yang diperoleh untuk konsentrasi 0,2; 0,35 dan 0,5M berturut-turut yaitu 58,02%, 44,18% dan 44,47%. Pada konsentrasi 0,35 dan 0,5M *yield* yang diperoleh cukup konstan (tidak terlalu mengalami kenaikan yang signifikan).

Gambar IV.11. menunjukkan pengaruh konsentrasi katalis H_2SO_4 dan waktu reaksi terhadap *yield crude* biodiesel pada waktu reaksi 120 menit dan pada daya 450 watt. Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan, konsentrasi katalis terhadap *yield* juga memberikan pengaruh yang bervariasi. *Yield* yang diperoleh untuk konsentrasi 0,2; 0,35 dan 0,5M berturut-turut yaitu 45,91%, 38,85% dan 42,23%.

Berdasarkan keempat grafik tersebut dapat disimpulkan jika pada waktu reaksi dan konsentrasi katalis terhadap *yield* juga memberikan pengaruh yang bervariasi pada *yield crude* biodiesel. Namun, dapat disimpulkan jika pada kondisi operasi: waktu reaksi 60 menit, 90 menit dan 120 menit daya 450 watt (daya optimum), konsentrasi katalis 0,2M memberikan *yield* yang optimum dibanding dengan konsentrasi yang lebih tinggi yaitu 0,35M dan 0,5M. Hal ini dapat disebabkan oleh efek negatif dari katalis asam dengan konsentrasi tinggi yang dapat menyebabkan terjadi dehidrasi alkohol (Ejikeme *et al.*, 2010).

IV.6. Pengaruh Penambahan *Co-Solvent* Terhadap Yield Produk Biodiesel



Dalam transesterifikasi *in situ*, selain bertindak sebagai reaktan, metanol juga berperan sebagai pelarut dalam mengekstrak minyak. Namun metanol bukan pelarut yang baik untuk ekstraksi (Sulaiman *et al.*, 2014). Sedangkan heksana merupakan pelarut yang baik untuk ekstraksi. Sehingga dalam penelitian ini digunakan heksana sebagai *co-solvent* untuk membantu proses ekstraksi dalam transesterifikasi *in situ*. Berdasarkan Gambar IV.12, proses transesterifikasi dengan penambahan *co-solvent* dapat menaikkan *yield crude* biodiesel jika dibandingkan dengan proses transesterifikasi tanpa *co-solvent*. *Yield* tertinggi pada proses transesterifikasi dengan *co-solvent* diperoleh pada waktu reaksi yang sama dengan tanpa *co-solvent*, yaitu pada waktu reaksi 60 menit. Adapun *yield crude* biodiesel dengan penambahan *co-solvent* pada waktu reaksi 30, 60, 90 dan 120 menit berturut-turut adalah 44,94 %; 75,68%; 64,03%; 59,15%.

Dalam penelitian ini, pada proses transesterifikasi *in-situ* dengan penambahan *co-solvent* (heksana) sebanyak 10 ml akan dihasilkan larutan yang satu fase. Pada dasarnya, heksana dan metanol tidak akan saling bercampur, namun dengan berbanding jumlah volume yang cukup besar dari metanol maka dihasilkan larutan yang satu fase. Sebagai *co-solvent*, heksana dapat meningkatkan kelarutan minyak dalam metanol (Wyatt dan Haas 2009; Shuit et al., 2010). Dengan penambahan *co-solvent*, *interfacial surface tension* dari minyak dan metanol akan berkurang dan liquid akan memebentuk satu fasa, dengan kata lain reaksi akan meningkat karena kontak antar reaktan lebih baik (Khang et al., 2014). Dengan adanya larutan yang satu fase inilah yang menyebabkan proses transesterifikasi *in situ* dengan penambahan *co-solvent* dapat meningkatkan *yield crude biodiesel*.

Dalam proses transesterifikasi *in situ*, reaksi yang berlangsung dapat terjadi dalam dua kemungkinan. Pertama, proses terjadi secara simultan (ekstraksi dan transesterifikasi berlangsung bersamaan) (Georgogianni et al., 2008). Kedua, proses yang berlangsung diawali dengan ekstraksi lipid dan kemudian secara simultan diubah ke FAME (Liu et al., 2016). Berdasarkan penelitian ini, dapat disimpulkan jika proses transesterifikasi *in situ* yang berlangsung diawali dengan ekstraksi lipid/minyak dan kemudian dikonversikan menjadi *fatty acid methyl ester* (FAME). Pernyataan ini didukung dengan hasil penelitian yang diberikan dimana transesterifikasi dengan penambahan *co-solvent* (heksana) akan meningkatkan %*yield crude biodiesel*. Penambahan *co-solvent* sendiri memberikan peranan penting dalam proses awal yaitu ekstraksi dalam transesterifikasi *in situ* sehingga *yield* yang dihasilkan juga meningkat. Hasil yang diperoleh ini juga didukung oleh penelitian Cao et al. (2013) dan Dianursanti et al. (2015), yang menyimpulkan bahwa penambahan heksana sebagai *co-solvent* dalam transesterifikasi *in situ* dapat meningkatkan *yield biodiesel*.

IV.7. Komponen dan Karakteristik FAME dari Mikroalga *Chlorella sp.*

IV.7.1. Komponen FAME dari Mikroalga *Chlorella sp.*

Analisis GC-MS telah dilakukan dari sampel biodiesel yang diperoleh pada penelitian dengan kondisi operasi 450 watt, waktu reaksi 60 menit, konsentrasi katalis 0,2M H_2SO_4 , tanpa menggunakan *co-solvent*. Berdasarkan hasil analisis tersebut menunjukkan bahwa sampel mengandung methyl ester terbanyak yang berasal dari asam palmitat (C16:0), asam palmitoleat (C16:1), asam miristat (C14:0), asam eikosapentanoat (C20:5) dan asam oleat (C18:1) dengan total luas area mencapai 88,94% dari % Normalisasi FAME. Dengan total % normalisasi FAME dalam sampel sebesar 35,09%. Jika diklasifikasikan berdasarkan ikatan rangkapnya, total total luas area asam lemak jenuh (*Saturated Fatty Acid*) yaitu 52,91%, sedangkan kelompok asam lemak tidak jenuh tunggal (*Mono Unsaturated Fatty Acid*) yaitu 34,59 % dan kelompok asam lemak tidak jenuh jamak (*Poly Unsaturated Fatty Acid*) yaitu 12,50%. Adapun kandungan methyl ester lainnya ditampilkan pada Tabel IV.2.

Tabel. IV.2. Komposisi Methyl Ester dari Mikroalga *Chlorella sp.*

Methyl Ester (FAME)	Rumus molekul FAME	Normalisasi Area (%)
Metil Ester Asam Laurat	$\text{C}_{13}\text{H}_{26}\text{O}_2$	1,08
Metil ester asam E-11-tetradekenoat	$\text{C}_{15}\text{H}_{28}\text{O}_2$	0,49
Metil ester asam miristat	$\text{C}_{15}\text{H}_{30}\text{O}_2$	11,10
Metil ester asam pentadekanoat	$\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2$	0,65
Metil ester asam palmitoleat	$\text{C}_{17}\text{H}_{32}\text{O}_2$	25,50
Metil ester asam palmitat	$\text{C}_{17}\text{H}_{34}\text{O}_2$	35,04

Metil ester asam Z-7-heksadekenoat	$C_{17}H_{32}O_2$	1,18
Metil ester asam margat	$C_{18}H_{36}O_2$	0,49
Metil ester asam 8, 11-oktadekadienoat	$C_{19}H_{34}O_2$	1,53
Metil ester asam oleat	$C_{19}H_{36}O_2$	6,33
Metil ester asam 11-oktadekenoat	$C_{19}H_{36}O_2$	0,60
Metil ester asam stearat	$C_{19}H_{36}O_2$	2,11
Metil ester asam 10-nonadekenoat	$C_{20}H_{38}O_2$	0,49
Metil ester asam arakhidonat	$C_{21}H_{42}O_2$	2,43
Metil Ester Asam Eikosapentaenoat	$C_{21}H_{32}O_2$	10,97
Total <i>Saturated Fatty Acid</i> (SFA)		52,91
Total <i>Unsaturated Fatty Acid</i>		47,09
Total <i>Mono Unsaturated Fatty Acid</i> (MUFA)		34,59
Total <i>Poly Unsaturated Fatty Acid</i> (PUFA)		12,50

IV.7.2. Karakteristik FAME dari Mikroalga *Chlorella sp.*

Karakteristik FAME merupakan salah satu kunci yang menentukan kelayakan atau tidaknya suatu bahan dalam proses pembuatan biodiesel. Untuk mengetahui kelayakan FAME yang dihasilkan, dalam pembahasan ini akan ditinjau dari properties biodiesel yaitu densitas. Densitas mempengaruhi jumlah massa yang diinjeksikan sistem, pompa dan injektor. Sejumlah bahan bakar yang digunakan, dibutuhkan agar diperoleh pembakaran yang tepat (Jorge *et al.*, 2011). Pada penelitian ini, perhitungan densitas dilakukan berdasarkan percobaan. Densitas yang diperoleh yaitu 943,2 kg/m³. Bila dibandingkan dengan standar biodiesel SNI-04-7182-2012, standar densitas biodiesel yaitu 850-890 kg/m³, maka dapat disimpulkan jika biodiesel yang dihasilkan dari penelitian ini belum memenuhi standar yang telah ditetapkan.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan bahwa :

1. Pembuatan biodiesel dari mikroalga *Chlorella sp.* dengan metode *microwave-assisted transesterification* dapat dihasilkan. Waktu reaksi, *daya microwave*, konsentrasi dan penambahan *co-solvent* berpengaruh terhadap % *yield* FAME yang dihasilkan. Semakin lama waktu reaksi dan semakin besar daya yang digunakan maka % *yield* yang dihasilkan akan meningkat. Namun bila telah mencapai kondisi optimum, pemanasan yang lebih lama dan penggunaan daya yang lebih besar akan menyebabkan % *yield* menurun. Penambahan *co-solvent* (heksana) dalam transesterifikasi *in situ* menyebabkan peningkatan *yield* FAME.
2. Proses transesterifikasi *in situ* dalam penelitian ini berlangsung dengan diawali proses ekstraksi lipid/minyak mikrolaga dan kemudian secara simultan dikonversikan menjadi fatty acid methyl ester (FAME).
3. Kondisi operasi optimum dalam pembuatan biodiesel dengan metode *microwave-assisted transesterification* secara *in situ* ini diperoleh pada penggunaan daya 450 watt dengan lama waktu reaksi 60 menit menggunakan katalis H_2SO_4 0,2M dan dengan penambahan *co-solvent* heksana 10 ml. Adapun % *yield* pada kondisi tersebut adalah 75,68%.
4. Komponen *methyl ester* terbanyak yang terkandung dalam produk, yaitu metil ester asam palmitat dan metil ester asam palmitoleat sehingga mikroalga *Chlorella sp.* dapat dijadikan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel. Berdasarkan perhitungan, densitas produk yang dihasilkan

dalam penelitian ini adalah 943,2 kg/m³. Nilai ini tidak memenuhi standard biodiesel SNI-04-7182-2012.

V.2. Saran

Berdasarkan penelitian yang telah kami lakukan, masih terdapat berbagai kekurangan sehingga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut meliputi:

1. Penelitian untuk mendapatkan metode yang tepat dalam menghilangkan pengotor pada produk biodiesel dari mikroalga *Chlorella sp.*
2. Penelitian mengenai perbandingan *co-solvent* heksana terhadap metanol yang digunakan dalam pembuatan biodiesel dengan metode *microwave-assisted transesterification* secara *in situ* untuk mendapatkan *yield* yang lebih besar.
3. Pada penelitian selanjutnya, untuk mempelajari tahapan yang terjadi pada proses berlangsungnya transesterifikasi *in-situ* perlu dipasang inline TG dan FTA.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad,A.L, Mat Yasin,N.H., Derek J.C.J., Lim,J.K.. 2010. Microalgae as a sustainable energy source for biodiesel production: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews.*, 15, 584-593.
- Al-Iwayzy, S., Yusaf,T., Al-Juboori, R. 2014. Biofuels from the Fresh Water Microalgae *Chlorella vulgaris* (FWM-CV) for Diesel Engines. *Energies ISSN.*,1996-1073.
- Almenara, Marcoaurélio Rodrigues., Elba Pinto da Silva Bon. 2011. Evaluation of *Chlorella* (Chlorophyta) as Source of Fermentable Sugars via Cell Wall Enzymatic Hydrolysis. *Enzyme Research.* Vol. 2011.
- Azcan,N., Yilmaz,O. 2012. Microwave Irradiation Application in Biodiesel Production from Promising Biodiesel Feedstock: Microalgae (*Chlorella protothecoides*). *Proceedings of the World Congress on Engineering and Computer Science.*, Vol II, San Francisco,USA.
- Basmal,J. 2008. *Peluang Dan Tantangan Produksi Mikroalga Sebagai Biofuel*. Squalen., Vol. 3 No. 1.
- Batten,D., Campbell,P., Threlfall, G.2011. Resource potential of Algae for Sustainable Biodiesel Production in the APEC Economies. *Report prepared for APEC Energy Working Group under EWG*, Document no. APEC. 211-RE-01.9.
- Bold, H.C., Wynne, M.J. 1985. *Introduction to the Algae Second Edition*. New York: Prentice-Hall Mc. Engelwood Cliffs.
- Brennan, L., Owende, P. 2010. Biofuels from Microalgae-A Review of Technologies for Production, Processing, and Extractions of Biofuels and Co-Products. *Review.Sustain.Energ.Rev.*, 14, 557-57710.1016.
- Cao, H., Zhang, Z., Wu, X., Miao,X. 2013. Direct Biodiesel Production from Wet Microalgae Biomass of *Chlorella pyrenoidosa* through In Situ Transesterification. *BioMed Research International.*, Article ID 930686.

- Chisti,Y. 2007. Biodiesel from Microalgae. *Biotechnology Advances.*, 11:294–306.
- Conley, Shawn P. 2012. What is Biodiesel. *Bio Energy*.
- Dianursanti, Religia,P., Wijanarko,A. 2015. Utilization of N-Hexane as Co-solvent to Increase Biodiesel Yield on Direct Transesterification Reaction from Marine Microalgae. *Procedia Environmental Sciences.*, 23, 412 – 420.
- Duffield, J.A. 2007. Biodiesel: Production and economic issues. *Inhalation Toxicology.*, Vol.19, no.12, pp.1029-1031.
- Ejikeme,PM., Anyaogu,ID., Ejikeme,CL., Nwafor,NP., Egbuonu,CA., Ukogu,K., Ibemesi,JA. 2010. Catalysis in Biodiesel Production by Transesterification Processes-An Insight. *J. Chem.*, 7(4), 1120-1132.
- El-Shimi,HI., Nahed,K., Attia,El-Shelta., El-Diwani,GI. 2013. Biodiesel Production from *Spirulina-Platensis* Microalgae by In-Situ Transesterification Process. *J. Sustain. Bioenerg. Syst.*, 3,224-233.
- Enciner, JM., Gonzalez,JF., Rodriguez,JJ., Tajedor, A 2002. Biodiesels Fuel from Vegetable Oils: Transesterification of *Cynara cardunculus* L. Oils with Ethanol. *Energy Fuels.*, 16, 443-500.
- Fakhry,E., Dahlia,M.2013. *Characterization of Dunaliella salina*. Maghraby Department of Botany and Microbiology, Faculty of Science, Alexandria University, Alexandria, Egypt.
- Feddern, Vivian. 2015. Animal Fat Wastes for Biodiesel Production. *Embrapa Swine and Poultry*,Brazil.
- Georgianni, K.G., Kontaminas, M.G., Promonis, P.J., Av Lonitis., Gergis V. 2008. Conventional and In Situ Transesterification of Sun Flower Seed Oil for The Production of Biodiesel. *Fuel Processing Technology.*, Vol.89,503-509.
- Gerde, J.A., Montalbo-Lomboy, M., Yao, L., Grewell, D., Wanga, T. 2012. Evaluation of Microalgae Cell Disruption by Ultrasonic Treatment. *Bioresour Technol.*, 125, 175-181.

- Gerpen, Van J. 2005. Biodiesel Processing and Production. *Fuel Processing Technology.*, Vol.86, no10, 1097-1107.
- Grosso, C. 2015. Alternative and Efficient Extraction Methods for Marine-Derived Compounds. *ISSN.*, 1660-3397.
- Harrington, K.J. 1986. Chemical and Physical Properties of Vegetables Oil Esters and Their Effect on Diesel Fuel Performance. *Biomass.*, 9, 1-17.
- Jaichandar, S. dan Annamalai, K. 2011. The Status Of Biodiesel As An Alternative Fuel for Diesel Engine -An Overview. *Journal of Sustainable Energy & Environment.*, 2, 71-75.
- Jorge, M., Freitas, S., Oliveira, M., Monteiro, S., Lima, A. *Densities and Viscosities of Minority Fatty Acid Methyl and Ethyl Esters.* Chemistry Department, University of Aveiro, Campus de Santiago, 3810193 Aveiro, Portugal.
- Khan, Adam Karl. 2002. Research Into Biodiesel Kinetics and Development. The University of Queensland, Queensland.
- Khang, D.S., Luis F. R., Cynthia F M., Raymond R. T. In situ transesterification of coconut oil using mixtures of methanol and tetrahydrofuran. *Chemical Engineering research and Design* 2014; 92: 1512-1518.
- Knothe, G. 2005. Dependence Of Biodiesel Fuel Properties On The Structure Of Fatty Acid Alkyl Esters. *Fuel Process Technol.*, 86, 1059–1070.
- Latief, M. 2012. Pulsed Ultrasound-Assisted Solvent Extraction Of Oil From Soybeans And Microalgae. Department of Bioresource Engineering, McGill University Montreal, Canada.
- Laurens, L.L.; Quinn, M.; Van Wycken, S.; Templeton, D.; Wolfrum, E. 2012. Accurate And Reliable Quantification Of Total Microalgal Fuel Potential As Fatty Acid Methyl Esters By In Situ Transesterification. *Anal. Bioanal. Chem.*, 403, 167–178.
- Liu, J., Sun, Z., Gerken, H. 2016. *Recent Advances in Microalgal Biotechnology.* USA :OMICS Group eBooks.

- Manurung, R. 2006. Transesterifikasi Minyak Nabati. *Jurnal Teknologi Proses.*, 5(1), 47-52.
- Mata, TA., Martins, A.A., Caetano, N.S. 2009. *Microalgae For Biodiesel Production And Other Application: A Review. Renewable and Sustainable Energy Reviews.*, 14, 217-232.
- Meher,LC., Vidya, S., Naik, SN. 2016. Technical Aspects of Biodiesel Production by Transesterification - A Review. *Renew. Sustain. Energy Rev.*, 10, 248-268.
- Nur, A. 2014. Potency of Microalgae as Source of Functional Food in Indonesia. *Eksergi.*, Vol XI, No. 2. 2014.
- P. Li, X. Miao, R. Li, and J. Zhong. 2011. In Situ Biodiesel Production From Fast-Growing and High Oil Content *Chlorella Pyrenoidosa* In Rice Straw Hydrolysate. *Journal of Biomedicine and Biotechnology.*, Article ID 141207.
- Patil, P.D., Gude, V.G., Mannarswamy, A. 2011. *Optimization Of Direct Conversion Of Wet Algae to Biodiesel Under Supercritical Methanol Conditions*. USA : Bioresource Technology.
- Patil, P.D., Gude, V.G., Mannarswamy, A., Cooke, P., Munson-McGee,S., Nirmalakhandan,N., Lammers, P., Deng, S. 2010. *Optimization of Microwave-Assisted Transesterification of Dry Algal Biomass using Response Surface Methodology*. USA : Bioresource Technology.
- Piasecka, A., Krzeminska, I., Tys, J. 2014. Physical Methods of Microalgal Biomass Pretreatment. *Int. Agrophys.*, 28, 341-348.
- Refaat AA. 2009. *Optimization of Biodiesel Production Using Different Techniques*. Master Thesis, Cairo University, Egypt.
- Risris, N., Sastro, Y., Bakrie,B. 2011. *Karakteristik Fisik, Kimia dan Biologi dari Tepung Limbah Rumah Potong Ayam sebagai Bahan Baku untuk Pakan Ternak*. Balai Pengkajian Teknologi Pertanian, Jakarta.
- Salam, Kamoru A., Sharon B. Velasquez-Orta, Adam P. Harvey. 2016. Surfactant-assisted Direct Biodiesel Production from

- Wet *Nannochloropsis oculata* by In Situ Transesterification/Reactive Extraction. Vol.9,366-371.
- Santos, T., Valente,M.A., Monteiro, J., Costa, L.C. 2011. Electromagnetic and Thermal History During Microwave Heating. *The Journal of Applied Thermal Engineering.*, Vol. 31, 3255-3261.
- Schuchardt,U., Sercheli,R., Matheus,R., Vagas. 1998. Transesterification of Vegetable Oils : a Review. *J. Braz. Chem. Soc.*, vol.9 no.3.
- Schwab,A.W., Bagby,MO., Freedman,B. 1987. Preparation and Properties of Diesel Fuels from Vegetable Oils. *Fuel.*, 66(10),1372-1378.
- Sharma, K.K., Schuhman, H., Schenk, P.M. 2012. High Lipid Induction in Microalgae for Biodiesel Production. *Energies.*, 5(5),1532-1553.
- Sopiah, N., Mulyanto, A., Sehabudin, S. 2012. *Pengaruh Kelimpahan Sel Mikroalga Air Tawar (Chorella sp.) terhadap Penambatan Karbon Dioksida*. Balai Teknologi Lingkungan, Badan Pengkaji dan Penerapan Teknologi, Banten.
- Sulaiman, S., Abdul A., Mohamed K. 2014. Biodiesel Production from Solid Coconut Waste. *Advances in Environmental Biology.*, 8(3), 781-786.
- Swern, D. Editor. 1982. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*. Ed Ke-4. Volume Ke-2. John Wiley and Sons. New York.
- Tang, Yuti., Zhang,Yue., Rosenberg, Julian., Betenbaugh, Michael., Wang,Fei. 2016. *Optimization of One-Step In Situ Transesterification Method for Accurate Quantification of EPA in Nannochloropsis gadinata*. Chemical Engineering, Nanjing Forestry University, China.
- Terigar, Beatrice, G. 2007. *Advanced Microwave Technology for Biodiesel Feedstock Processing*. Romania: Aurel Vlaicu University of Arad.

- Thostenson, E.T., Chou, T.W. 1999. Microwave Processing. *Fundamentals and Applications. Composites.*, Part A. Vol 30, 1055-1071.
- Velazquez-Orta, S.B., Lee, J.G.M., Harvey, A. 2012. Alkaline In Situ Transesterification of *Chorella vulgaris*. *Fuel*, Vol 94, 544–550.
- Widianingsih., H, Retno., E, Hadi., M, Jane. 2013. Fatty Acid Composition of Marine Microalgae in Indonesia. *Journal of Tropical Biologi and Conservation.*, 10, 75-82.
- Wyatt, V.T., Haas, M.J. Production of fatty acid methyl esters via the in situ transesterification of soybean oil in carbon dioxide-expanded methanol. *J. Am. Oil Chem. Soc* 2009; 86: 1009-1016.
- X. Miao and Q. Wu. 2006. Biodiesel Production from Heterotrophic Microalgal Oil. *Bioresource Technology*, vol. 97, no. 6, 841– 846.
- Yap, Benjamin, H.J., Simon, A. Crawford., Raymond R. Dagastine., Peter J. Scales., Gregory J.O. Martin. 2016. Nitrogen Deprivation of Microalgae: Effect on Cell Size, thickness, cell strength, and resistance to mechanical disruption. *Journal of Industrial Microbiology*.
- Yucel, S., Tergiozgu, P. 2013. An alternative Fatty Acid Alkyl Esters Production Method: In Situ Transesterification. *Recent Res.Devel.Lipids*, 9 (2013) : 101-124. ISBN : 978-81-7895-575-9.
- Zainal, Sumaiya Abidin. 2012. *Production Of Biodiesel from Used Cooking Oil (UCO) Using Ion Exchange Resins As Catalysts*. Department of Chemical Engineering, Loughborough University.

APPENDIKS A

CARA PERHITUNGAN

A.1. Perhitungan %Yield Minyak *Chlorella sp.*

$$\text{Yield} = \frac{\text{massa minyak yang diperoleh}}{\text{massa microalgae kering yang digunakan}} \times 100\%$$

Data pada percobaan ekstraksi adalah

Massa *microalgae* kering yang digunakan = 10,0036 gram

Massa minyak yang diperoleh = 1,1378 gram

Sehingga,

$$\text{Yield} = \frac{\text{massa minyak yang diperoleh}}{\text{massa microalgae kering yang digunakan}} \times 100\%$$

$$\text{Yield} = \frac{1,1378 \text{ gram}}{10,0036 \text{ gram}} \times 100\%$$

$$\text{Yield} = 11,3739\%$$

Hasil perhitungan tersebut ditampilkan dalam Tabel B.1.

A.2. Perhitungan Massa Minyak *Chlorella sp.*

Dalam penelitian ini, massa minyak secara empiris hanya dilakukan dengan satu variabel saja. Hal ini karena fokus penelitian ini adalah metode *in-situ*. Oleh karena itu untuk perhitungan massa minyak dari biomassa mikroalga dalam transesterifikasi *in situ* dilakukan berdasarkan perbandingan. Adapun contoh perhitungannya adalah sebagai berikut:

Diketahui:

massa mikroalga kering dalam ekstraksi = 10,0036 gram

massa minyak mikroalga hasil ekstraksi = 1,1378 gram

bila massa mikroalga kering dalam proses transesterifikasi *in situ* adalah 10,0545gram maka perhitungan massa minyak dalam mikroalga kering dalam proses transesterifikasi *in situ* adalah sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \text{massa minyak mikroalga} &= \frac{10,0545 \text{ gram}}{10,0036 \text{ gram}} \times 1,1378 \\ &= 1,1436 \text{ gram} \end{aligned}$$

Hasil perhitungan untuk variabel lain dapat dilihat pada Tabel B.2

A.3. Perhitungan *Yield Crude Biodiesel*

$$\text{Yield crude biodiesel} = \frac{\text{massa crude biodiesel}}{\text{massa minyak } \textit{Chorella sp.}} \times 100\%$$

Contoh perhitungan pada kondisi pada jumlah katalis 0,2M, daya 300 watt dan lama waktu reaksi selama 30 menit.

$$\text{Yield biodiesel} = \frac{0,2190 \text{ gram}}{1,1436 \text{ gram}} \times 100\%$$

$$\text{Yield} = 19,15 \%$$

Hasil perhitungan untuk variabel lain ditampilkan dalam Tabel B.2.

A.4. Perhitungan *Kebutuhan Katalis*

Katalis yang digunakan : H₂SO₄ 98%

Menghitung konsentrasi H₂SO₄ 98%

$$\begin{aligned} M_{\text{H}_2\text{SO}_4} &= \frac{1000 \times \rho \times \% \text{ massa}}{Mr \text{ H}_2\text{SO}_4} \\ &= \frac{1000 \times 1,84 \times 98 \%}{98,08} \\ &= 18,385 \text{ M} \end{aligned}$$

Menghitung volume H₂SO₄ yang digunakan

Perbandingan mikroalga : pelarut (w/v) = 1: 15

Massa mikroalga yang digunakan = 10 gram

Volume pelarut yang digunakan = 150 ml

Menghitung volume H₂SO₄ yang digunakan

Contoh perhitungan untuk 0,5 M :

$$\begin{aligned} (V_{\text{H}_2\text{SO}_4} + 150 \text{ ml}) \times 0,5 \text{ M} &= V_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times 18,385 \text{ M} \\ V_{\text{H}_2\text{SO}_4} 0,5 + 75 &= V_{\text{H}_2\text{SO}_4} 18,385 \text{ M} \\ 17,885 V_{\text{H}_2\text{SO}_4} &= 75 \\ V_{\text{H}_2\text{SO}_4} &= 4,2 \text{ ml} \end{aligned}$$

Dengan cara yang sama, dilakukan perhitungan untuk konsentrasi katalis yang lain. Diperoleh data seperti pada Tabel A.1 berikut:

Tabel A.1. Volume katalis H₂SO₄ pada berbagai kosentrasi katalis

Konsentrasi katalis	Volume katalis
0,5 M	4,2 ml
0,35M	2,9 ml
0,2M	1,6 ml

A.5. Perhitungan Densitas

Dalam penelitian ini densitas dihitung berdasarkan sampel produk terbanyak yaitu pada penggunaan *co-solvent n-hexane* 10 ml pada pemakaian daya 450 watt, lama waktu reaksi 60 menit dengan katalis H₂SO₄ 0,2M.

Rumus yang digunakan : $\frac{1}{\rho_{\text{camp}}} = \frac{X_1}{\rho_1} + \frac{X_2}{\rho_2}$

Dimana :

ρ_{camp} = Massa jenis campuran
 ρ_1 = Massa jenis n-heksana
 ρ_2 = Massa jenis biodiesel (FAME)
 X_1 = fraksi berat n-heksana
 X_2 = fraksi berat biodiesel (FAME)

Adapun perhitungannya adalah sebagai berikut:

ρ_1 = 0,6548 gr/mL
 Volume campuran = 5 mL
 Massa heksana (M1) = 2,6738 gram
 Massa sampel (M2) = 0,8648 gram
 Massa total = M1 + M2

$$\begin{aligned}
&= 2,6738 \text{ gram} + 0,8648 \text{ gram} \\
&= 3,5386 \text{ gram} \\
\text{Sehingga untuk } X_1 &= \frac{M_1}{\text{Massa total}} \\
&= \frac{2,6738 \text{ gram}}{3,5386 \text{ gram}} \\
&= 0,7556 \\
X_2 &= 1 - X_1 \\
&= 1 - 0,7556 \\
&= 0,2444 \\
\text{Massa jenis campuran } (\rho_{\text{camp}}) &= \frac{\text{massa total}}{\text{Volume campuran}} \\
&= \frac{3,5386 \text{ gram}}{5 \text{ mL}} \\
&= 0,7077 \text{ gr/mL}
\end{aligned}$$

Menghitung massa jenis biodiesel menggunakan rumus

$$\frac{1}{\rho_{\text{camp.}}} = \frac{X_1}{\rho_1} + \frac{X_2}{\rho_2}$$

Sehingga apabila ρ_2 bertindak sebagai massa jenis biodiesel, maka hubungan persamaan menjadi :

$$\begin{aligned}
\rho_2 &= \frac{(\rho_{\text{camp}} \times \rho_1 \times X_2)}{\rho_1 - (\rho_{\text{camp}} \times X_1)} \\
\rho_2 &= \frac{\left(0,7077 \frac{\text{gr}}{\text{mL}} \times 0,6548 \frac{\text{gr}}{\text{mL}} \times 0,2444\right)}{0,6548 \frac{\text{gr}}{\text{mL}} - \left(0,7077 \frac{\text{gr}}{\text{mL}} \times 0,7556\right)} \\
\rho_2 &= 0,9432 \frac{\text{gr}}{\text{ml}}
\end{aligned}$$

A.6. Perhitungan Komposisi dari Analisis Minyak Mikroalga *Chlorella sp.*

Tabel A.2. Komposisi dari Analisis Minyak Mikroalga *Chlorella sp.*

No.	Nama Senyawa	%Normalisasi Area	%Normalisasi FA (Fatty Acid)
1	Naphthalene, 1-methyl-	3,14	
2	Tetracontane, 3,5,24-Trimethyl-	0,73	
3	Heptylcyclohexane	1,06	
4	Tridecane, 2-methyl-	1,22	
5	2-Bromo dodecane	0,74	
6	Hexadecane, 2,6,10,14-tetramethyl-	2,49	
7	Spiro[4.4]Nonan-2-one,1,1,6,6-Tetramethyl-	0,41	
8	Tetradecane	9,36	
9	Dodecane, 4,6-dimethyl-	1,61	
10	Pentadecane	3,54	
11	Hexadecanoic Acid	9,79	43,44
12	9,12-Octadecadienoic Acid	1,43	6,35
13	9-Octadecenoic Acid	9,99	44,35
14	Octadecanoic acid	1,32	5,86
15	Lanosterol	53,15	
	Total	100	100
	Total Komponen FA	22,53	

Contoh perhitungan %Normalisasi Area FA (*Fatty Acid*):

$$\begin{aligned} \text{\%Normalisasi Asam Palmitat} &= \frac{\text{\%Normalisasi Area Total}}{\text{\%Normalisasi Asam Lemak}} \times \\ \text{\%Normalisasi Area Asam Palmitat} &= \frac{100\%}{22,53\%} \times 9,79\% = 43,44\% \end{aligned}$$

Perhitungan jumlah *Saturated Fatty Acid* (SFA)

$$\begin{aligned} &= \text{Asam Palmitat (Hexadecanoic Acid)} + \text{Asam Stearat (Octadecanoic acid)} \\ &= 43,44\% + 5,86 \\ &= 49,30\% \end{aligned}$$

Perhitungan jumlah *Mono Unsaturated Fatty Acid* (MUFA)

$$\begin{aligned} &= \text{Asam Oleat (9-Octadecenoic Acid)} \\ &= 44,35\% \end{aligned}$$

Perhitungan jumlah *Poly Unsaturated Fatty Acid* (PUFA)

$$\begin{aligned} &= \text{Asam Linoleat (9,12-Octadecadienoic Acid)} \\ &= 6,35\% \end{aligned}$$

Perhitungan jumlah *Unsaturated Fatty Acid* = (MUFA) + (PUFA)

$$\begin{aligned} &= 44,35\% + \\ 6,35\% &= 50,70\% \end{aligned}$$

A.7. Perhitungan Komposisi dari Analisis GC-MS Biodiesel dari Mikroalga *Chlorella sp.*

Tabel A53. Komposisi Biodiesel dari Mikroalga *Chlorella sp.*

No.	Nama Senyawa	%Normalisasi Area	%Normalisasi FAME
1	N-Hexane	30,27	
2	1-etil,3-metil benzena	0,302	
3	Metil ester asam laurat	0,378	1,08
4	1-heptadekena	0,675	
5	Metil ester asam E-11-tetradekenoat	0,172	0,49

6	Metil ester asam miristat	3,896	11,10
7	Asam miristat (tidak teresterifikasi)	0,252	
8	Metil ester asam pentadekanoat	0,229	0,65
9	Metil ester asam palmitoleat	8,948	25,50
10	Metil ester asam palmitat	12,295	35,04
11	Metil ester asam Z-7-heksadekenoat	0,413	1,18
12	Asam palmitat (tidak teresterifikasi)	0,689	
13	2,3-dimetil-undek-1-en-3-ol	0,649	
14	Metil ester asam margat	0,173	0,49
15	Eter tetrahidropiran dari 8-dodesinol	0,259	
16	1.7.7-trimetil-2-ekso-(1-oksasikloheks-2-ilosi)bisiklo [2.2.1] heptan	1,052	
17	Metil ester asam 8, 11-oktadekadienoat	0,538	1,53
18	Metil ester asam oleat	1,534	4,37
19	Metil ester asam oleat	0,687	1,96
20	Metil ester asam 11-oktadekenoat	0,211	0,60
21	Metil ester asam stearat	0,74	2,11
22	Isomer fitol	0,641	

23	Metil ester asam 10-nonadekenoat	0,173	0,49
24	Metil ester asam arakhidonat	0,854	2,43
25	Metil ester asam eikosapentaenoat	3,849	10,97
26	1,1,6,6-tetrametil-dispro[2.1.2.1]oktana	0,547	
27	cis-4-metil-ekso-trisiklo[5.2.1.0 (2.6)]dekana	1,653	
28	di-n-oktil ftalat	26,827	
29	1-trikosena	0,177	
30	Diisononilester asam ftalat	0,576	
31	Isodesil oktil ester asam ftalat	0,34	
	Total	100	100
	Total Komponen FAME	35,09	

Contoh perhitungan %Normalisasi Area FAME (*Fatty Acid Methyl Ester*):

$$\begin{aligned}
 \% \text{Normalisasi Area Methyl Laurat} &= \frac{\% \text{Normalisasi Area Total}}{\% \text{Normalisasi Asam Lemak}} \times \\
 \% \text{Normalisasi Area Methyl Laurat} &= \frac{100\%}{35,09\%} \times 0,378\% \\
 &= 1,08\%
 \end{aligned}$$

Perhitungan jumlah FAME dari *Saturated Fatty Acid* (SFA)

$$\begin{aligned}
&= \text{Methyl Laurat} + \text{Methyl Miristat} + \text{Methyl Pentadekanoat} + \\
&\quad \text{Methyl Palmitat} + \text{Methyl Margat} + \text{Methyl Stearat} + \text{Methyl} \\
&\quad \text{Arakhidonat} \\
&= 1,08\% + 11,10\% + 0,65\% + 35,04\% + 0,49\% + 2,11\% + 2,43\% \\
&= 52,91\%
\end{aligned}$$

Perhitungan jumlah FAME dari *Mono Unsaturated Fatty Acid* (MUFA)

$$\begin{aligned}
&= \text{Methyl E-11-Tetradekenoat} + \text{Methyl Palmitoleat} + \text{Methyl Z-} \\
&\quad \text{7-Heksadekenoat} + \text{Methyl Oleat} + \text{Methyl 11-Oktadekenoat} + \\
&\quad \text{Methyl 10-Nonadekenoat} \\
&= 0,49\% + 25,50\% + 1,18\% + 6,33\% + 0,60\% + 0,49\% \\
&= 34,59\%
\end{aligned}$$

Perhitungan jumlah *Poly Unsaturated Fatty Acid* (PUFA)

$$\begin{aligned}
&= \text{metil 8,11-oktadekadienoat} + \text{metil eikosapentaenoat} \\
&= 1,53\% + 10,97\% \\
&= 12,50\%
\end{aligned}$$

Perhitungan jumlah *Unsaturated Fatty Acid* = (MUFA) + (PUFA)

$$\begin{aligned}
&= 34,59\% + 12,50\% \\
&= 47,09\%
\end{aligned}$$

Halaman ini sengaja dikosongkan

APPENDIKS B

HASIL PERHITUNGAN DAN DATA PERCOBAAN

B.1. Hasil Perhitungan %Yield Minyak Mikroalga *Chlorella sp.*

Tabel B.1. Hasil Perhitungan *yield* minyak *Chlorella sp.*

Percobaan Ke-	Massa mikroalga kering (gram)	Lipid yang diperoleh	%yield
1	10,0036	1,1378	11,3739

B.2. Besaran-besaran yang Diukur dari Produk Biodiesel

Tabel B.2.1 Hasil Perhitungan *Yield (%)* Biodiesel dari Mikroalga *Chlorella sp.* dengan metode *Microwave Transesterification* secara *in situ* dengan berbagai variasi biomass: pelarut (metanol)

Massa Mikroalga(gr)	Massa Minyak(gr)	Volume Metanol	Konsentrasi H ₂ SO ₄ (M)	Daya Microwave (watt)	Waktu reaksi (menit)	Massa crude FAME (gr)	Yield (%)
10,0328	1,1411	50 ml	0,5	600	30	0,0850	7,45
10,0450	1,1425	100 ml				0,1885	16,50
10,0934	1,1480	150 ml				0,3534	30,78
10,0221	1,1399	300 ml				0,2614	22,93

Tabel B.2.2 Hasil Perhitungan *Yield* (%) Biodiesel dari Mikroalga *Chlorella sp.* dengan metode *Microwave Transesterification* secara *in situ* (tanpa *co-solvent*)

Massa Mikroalga (gr)	Massa Minyak(gr)	Kosentrasi H ₂ SO ₄ (M)	Daya Microwave (watt)	Waktu reaksi (menit)	Massa crude FAME (gr)	<i>Yield</i> (%)
10,0545	1,1436	0,2	300 watt	30 menit	0,2190	19,15
10,0167	1,1393			60 menit	0,6210	54,51
10,0322	1,1411			90 menit	0,6454	56,56
10,0829	1,1468			120 menit	0,3296	28,74
10,0924	1,1479		450 watt	30 menit	0,3724	32,44
10,0758	1,1460			60 menit	0,7449	65,00
10,0067	1,1382			90 menit	0,6604	58,02
10,0325	1,1411			120 menit	0,5239	45,91
10,0417	1,1421		600 watt	30 menit	0,2920	25,57
10,0211	1,1398			60 menit	0,5775	50,67
10,0421	1,1422			90 menit	0,5891	51,58
10,0522	1,1433			120 menit	0,3520	30,79
10,0016	1,1376	0,35	300 watt	30 menit	0,1806	15,88
10,0144	1,1390			60 menit	0,3249	28,52
10,0225	1,1399			90 menit	0,4312	37,83

10,0653	1,1448		450 watt	120 menit	0,3550	31,01
10,1639	1,1560			30 menit	0,4969	42,98
10,1132	1,1503			60 menit	0,7190	62,51
10,1668	1,1564			90 menit	0,5109	44,18
10,0224	1,1399			120 menit	0,4420	38,77
10,0547	1,1436		600 watt	30 menit	0,2294	20,06
10,0546	1,1436			60 menit	0,5820	50,89
10,0566	1,1438			90 menit	0,5540	48,43
10,0131	1,1389			120 menit	0,3840	33,72
10,0624	1,1445	0,5	300 watt	30 menit	0,1880	16,43
10,0660	1,1449			60 menit	0,3661	31,98
10,0804	1,1465			90 menit	0,3807	33,20
10,0012	1,1375			120 menit	0,2050	18,02
10,0252	1,1403		450 watt	30 menit	0,4937	43,30
10,0114	1,1387			60 menit	0,6881	60,43
10,0703	1,1454			90 menit	0,5094	44,47
10,0662	1,1449			120 menit	0,4835	42,23
10,0934	1,1480		600 watt	30 menit	0,3534	30,78
10,0700	1,1454			60 menit	0,5580	48,72
10,0908	1,1477			90 menit	0,5423	47,25
10,0455	1,1426			120 menit	0,2791	24,43

Tabel B.2.3 Hasil Perhitungan *Yield* (%) Biodiesel dari Mikroalga *Chlorella sp.* dengan metode *Microwave Transesterification* secara *in situ* (dengan penambahan *co-solvent*)

Massa Mikroalga (gr)	Massa Minyak(gr)	Kosentrasi H₂SO₄ (M)	Daya Microwave (watt)	Waktu reaksi (menit)	Massa crude FAME (gr)	<i>Yield</i> (%)
10,0941	1,1481	0,2	450 watt	30 menit	0,5159	44,94
10,1217	1,1512			60 menit	0,8712	75,68
10,0492	1,1430			90 menit	0,7319	64,03
10,0752	1,1459			120 menit	0,6778	59,15

B.3. Hasil Pengukuran Suhu pada Transesterifikasi *microwave-assisted* secara *in situ* pada daya 300 watt

Tabel B.3. Hasil pengukuran suhu reaksi transesterifikasi pada daya 300 watt

Waktu (menit)	Suhu (°C)	Waktu (menit)	Suhu (°C)	Waktu (menit)	Suhu (°C)	Waktu (menit)	Suhu (°C)
0	27	31	72	62	65	93	74
1	52	32	75	63	73	94	75
2	69	33	62	64	73	95	75
3	69	34	74	65	74	96	75
4	69	35	63	66	73	97	75
5	70	36	65	67	73	98	75
6	71	37	62	68	72	99	74
7	71	38	63	69	73	100	74
8	71	39	63	70	73	101	74
9	71	40	64	71	73	102	74
10	72	41	64	72	71	103	74
11	72	42	63	73	71	104	74
12	72	43	62	74	70	105	75
13	73	44	62	75	71	106	74
14	73	45	75	76	70	107	74
15	73	46	73	77	70	108	75

Waktu (menit)	Suhu (°C)
16	73
17	74
18	73
19	74
20	74
21	74
22	74
23	74
24	74
25	74
26	74
27	74
28	76
29	76
30	75

Waktu (menit)	Suhu (°C)
47	74
48	65
49	65
50	64
51	64
52	64
53	69
54	64
55	64
56	65
57	65
58	65
59	65
60	64
61	64

Waktu (menit)	Suhu (°C)
78	70
79	70
80	70
81	71
82	72
83	71
84	72
85	71
86	72
87	72
88	75
89	75
90	75
91	75
92	75

Waktu (menit)	Suhu (°C)
109	75
110	75
111	75
112	75
113	75
114	75
115	75
116	75
117	75
118	75
119	76
120	75

B.4. Hasil Pengukuran Suhu pada Transesterifikasi *microwave-assisted* secara *in situ* pada daya 450 watt

Tabel B.4. Hasil pengukuran suhu reaksi transesterifikasi pada daya 450 watt

Waktu (menit)	Suhu (°C)	Waktu (menit)	Suhu (°C)	Waktu (menit)	Suhu (°C)	Waktu (menit)	Suhu (°C)
0	29	31	74	62	67	93	75
1	64	32	74	63	67	94	75
2	68	33	75	64	69	95	75
3	68	34	75	65	69	96	75
4	68	35	75	66	69	97	75
5	69	36	75	67	72	98	75
6	70	37	76	68	72	99	75
7	71	38	75	69	72	100	75
8	71	39	76	70	72	101	75
9	71	40	76	71	72	102	75
10	72	41	76	72	72	103	76
11	71	42	76	73	73	104	76
12	71	43	76	74	73	105	76
13	71	44	76	75	73	106	76
14	72	45	76	76	74	107	76
15	72	46	70	77	73	108	76

Waktu (menit)	Suhu (°C)
16	72
17	74
18	74
19	74
20	74
21	74
22	74
23	74
24	74
25	74
26	74
27	74
28	74
29	74
30	74

Waktu (menit)	Suhu (°C)
47	71
48	68
49	68
50	68
51	68
52	68
53	68
54	69
55	69
56	69
57	69
58	67
59	67
60	67
61	67

Waktu (menit)	Suhu (°C)
78	74
79	74
80	74
81	74
82	74
83	72
84	72
85	72
86	72
87	71
88	74
89	74
90	74
91	75
92	75

Waktu (menit)	Suhu (°C)
109	76
110	76
111	75
112	75
113	75
114	76
115	75
116	75
117	76
118	76
119	76
120	76

B.5. Hasil Pengukuran Suhu pada Transesterifikasi *microwave-assisted* secara *in situ* pada daya 600 watt

Tabel B.4. Hasil pengukuran suhu reaksi transesterifikasi pada daya 600 watt

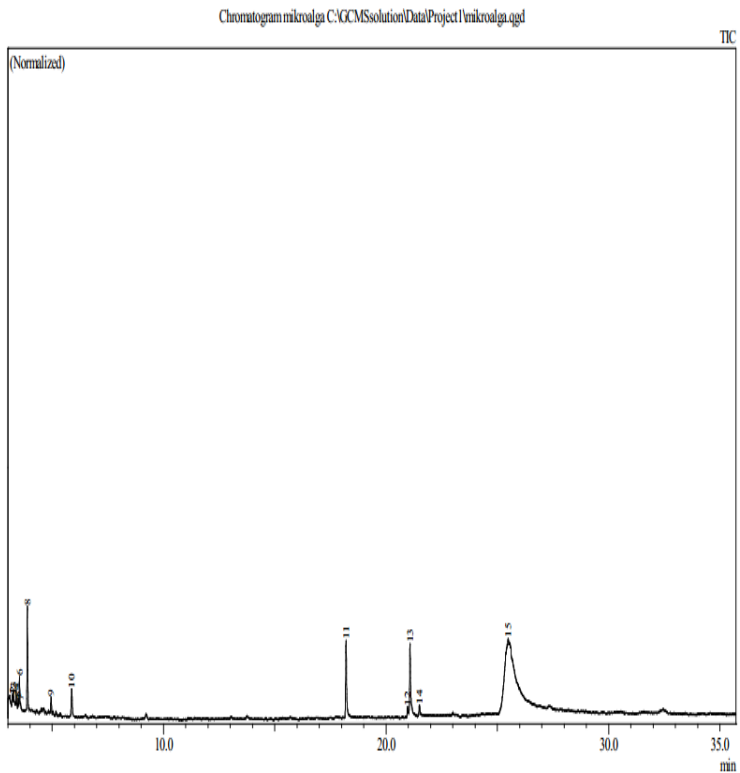
Waktu (menit)	Suhu (°C)	Waktu (menit)	Suhu (°C)
0	29	31	75
1	69	32	76
2	72	33	76
3	73	34	75
4	73	35	76
5	73	36	76
6	73	37	75
7	72	38	75
8	72	39	75
9	72	40	75
10	74	41	76
11	73	42	74
12	74	43	74
13	74	44	74
14	74	45	75
15	72	46	75

Waktu (menit)	Suhu (°C)
16	72
17	72
18	72
19	72
20	74
21	74
22	74
23	74
24	74
25	75
26	74
27	75
28	75
29	75
30	75

Waktu (menit)	Suhu (°C)
47	75
48	75
49	76
50	76
51	76
52	75
53	75
54	75
55	76
56	76
57	76
58	76
59	76
60	75

APPENDIKS C HASIL ANALISIS

C.1. Hasil Analisis GC-MS Minyak Mikroalga *Chlorella* sp.

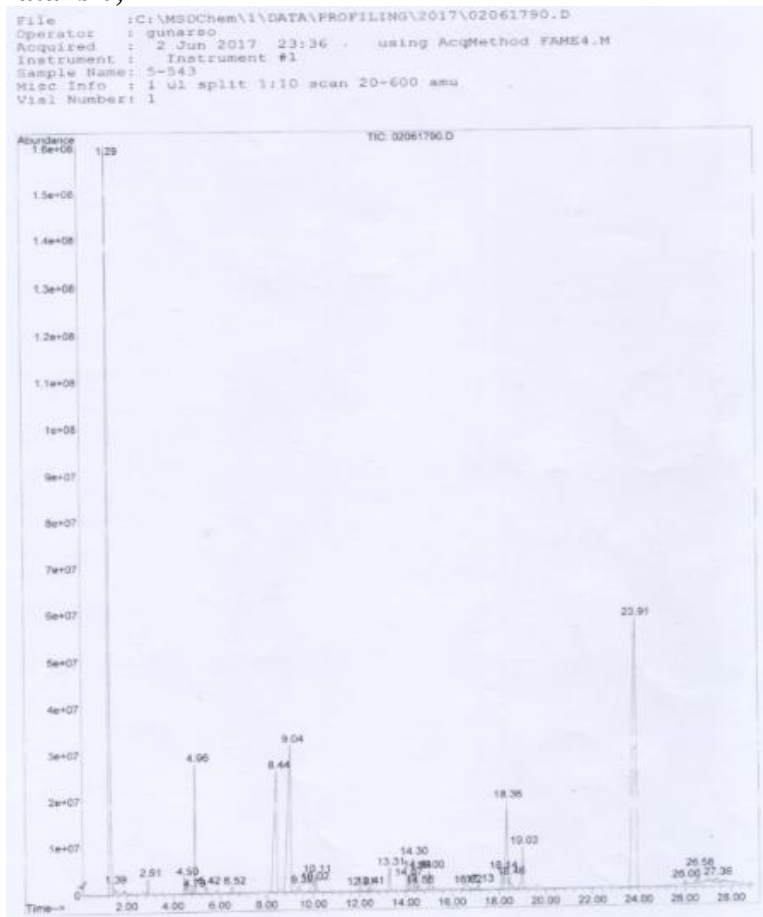


Peak Report TIC

Gambar C.1. Hasil Analisis GC-MS Minyak Mikroalga *Chlorella* sp.

Peak#	R.Time	Area	Area%	A/H Name
1	3.090	231852	3.14	6.91 NAPHTHALENE, 1-METHYL-
2	3.198	54155	0.73	1.68 TETRACONTANE, 3,5,24-TRIMETHYL-
3	3.257	78291	1.06	2.03 Heptylcyclohexane
4	3.373	89931	1.22	1.94 Tridecane, 2-methyl-
5	3.468	54845	0.74	1.79 2-Bromo dodecane
6	3.528	183483	2.49	1.85 Hexadecane, 2,6,10,14-tetramethyl-
7	3.577	30442	0.41	1.64 SPIRO[4.4]NONAN-2-ONE, 1,1,6,6-TETRAMETHYL-
8	3.880	690944	9.36	2.12 TETRADECANE
9	4.945	118895	1.61	2.38 Dodecane, 4,6-dimethyl-
10	5.874	261470	3.54	3.12 Pentadecane
11	18.200	723004	9.79	3.04 HEXADECANOIC ACID, METHYL ESTER
12	20.963	105880	1.43	3.24 9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-, methyl ester
13	21.074	737699	9.99	3.29 9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester
14	21.495	97678	1.32	2.99 Octadecanoic acid, methyl ester
15	25.478	3923099	53.15	22.00 Lanosterol
		7381668	100.00	

C.2. Hasil Analisis GC-MS Biodiesel pada daya microwave 450 watt, waktu rekasi 60 menit, konsentrasi katalis 0,2M



Gambar C.2. Hasil Analisis GC-MS Biodiesel dari Mikroalga *Chlorella sp.*

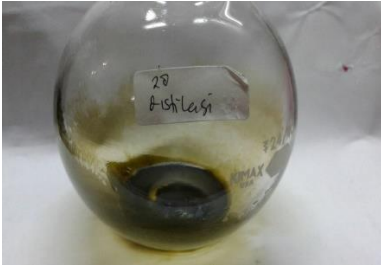
Data Profiling

No	Ret Time	Nama Senyawa menurut pustaka spektrum alat	% kesesuaian MS	% Normalisasi Area
1	1.285	n-heksana	53%	30.270%
2	1.392	1-etil,3-metil benzena	43%	0.302%
3	2.906	metil ester asam laurat	97%	0.378%
4	4.495	1-heptadekena	99%	0.675%
5	4.785	metil ester asam E-11-tetradekenoat	94%	0.172%
6	4.961	metil ester asam miristat	97%	3.896%
7	5.420	asam miristat (tidak teresterifikasi)	99%	0.252%
8	6.520	metil ester asam pentadekanoat	96%	0.229%
9	8.438	metil ester asam palmitoleat	99%	8.948%
10	9.042	metil ester asam palmitat	97%	12.295%
11	9.394	metil ester asam Z-7-heksadekenoat	99%	0.413%
12	10.020	asam palmitat (tidak teresterifikasi)	99%	0.689%
13	10.112	2,3-dimetil-undek-1-en-3-ol	72%	0.649%
14	12.007	metil ester asam margarar	97%	0.173%
15	12.412	eter tetrahidropiran dari 8-dodesinol	45%	0.259%
16	13.306	1,7,7-trimetil-2-ekso-[1-okasikloheks-2-ilosil]bisiklo [2.2.1]heptan	59%	1.052%
17	14.070	metil ester asam 8,11-oktadekadienoat	99%	0.538%
18	14.300	metil ester asam oleat	99%	1.534%
19	14.437	metil ester asam oleat	99%	0.687%
20	14.552	metil ester asam 11-oktadekenoat	99%	0.211%
21	15.003	metil ester asam stearat	98%	0.740%
22	16.623	isomer fitol	96%	0.641%
23	17.127	metil ester asam 10-nonadekenoat	96%	0.173%
24	18.136	metil ester asam arakhidonat	94%	0.856%
25	18.358	metil ester asam eikosapentaenoat	94%	3.849%
26	18.465	1,1,6,6-tetrametil-dispiro[2.1.2.1]oktana	50%	0.547%
27	19.030	cis-4-metil-ekso-trisiklo[5.2.1.0 (2.6)]dekana	60%	1.653%
28	13.913	di-n-oktil ftalat	93%	26.827%
29	16.000	1-trikosena	99%	0.177%
30	26.580	diisononilester asam ftalat	25%	0.576%
31	27.360	isodesil oktil ester asam ftalat	49%	0.340%

Catatan : % Normalisasi area tidak menunjukkan prosentase sebenarnya dalam komposisi sampel

APPENDIKS D

DOKUMENTASI PENELITIAN



Gambar D.1. Produk *crude* Biodiesel



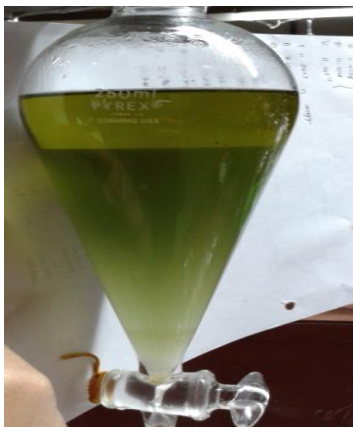
Gambar D.2. Bahan Penelitian



Gambar D.3. Proses Ekstraksi dan Transesterifikasi *in situ* dengan *Microwave*



Gambar D.4. Proses penyaringan hasil transesterifikasi dengan filter vakum



Gambar D.5. Proses pemisahan dengan corong pemisah



Gambar D.6. Proses distilasi layer atas untuk memisahkan heksana dan *crude* biodiesel

BIODATA PENULIS



Renova Panjaitan, lahir di Pintubatu pada 23 Juni 1995 dari pasangan J. Panjaitan dan M. Simanjuntak, anak ketujuh dari tujuh bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di SD Negeri 173568 Pintubatu, SMP Negeri 2 Silaen dan SMA Negeri 2 Balige. Pada tahun 2013, penulis melanjutkan pendidikan S-1 di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri. Penulis mengambil

bidang studi Teknologi Proses Kimia. Pada tahun 2016, penulis melakukan kerja praktik di Pupuk Sriwijaya, Unit Kerja Departemen Randal Produksi. Pada akhir masa perkuliahan, penulis mengerjakan tugas pra-desain pabrik bersama Wa Ode Maryani Asrim dengan judul “ ***Mini Plant Biodiesel dari Waste Cooking Oil***” dan melakukan penelitian untuk tugas akhir yang berjudul “***Pembuatan Biodiesel dari Mikroalga Chlorella sp. dengan Metode Microwave-assisted Transesterification secara In Situ***” dibawah bimbingan Ibu Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T.

Contact person

HP : 082367863312

Email : renovapanjaitan53@gmail.com

Alamat : Jl.Gereja Pintubatu Silaen, Kabupaten Toba Samosir,
Provinsi Sumatra Utara

BIODATA PENULIS



Wa Ode Maryani Asrim, lahir di Bau-Bau pada 1 Juni 1994 dari pasangan La Ode Asrim, S.H., M.H. dan Indrawati, anak ketiga dari tiga bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di SD Negeri 1 Bau-Bau, SMP Negeri 1 Bau-Bau dan SMA Negeri 1 Bau-Bau. Pada tahun 2013, penulis melanjutkan pendidikan S-1 di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya,

Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri. Penulis mengambil bidang studi Teknologi Proses Kimia. Pada tahun 2016, penulis melakukan kerja praktik di Pupuk Sriwijaya, Unit Kerja Departemen Randal Produksi. Pada akhir masa perkuliahan, penulis mengerjakan tugas pra-desain pabrik bersama Renova Panjaitan dengan judul “ **Mini Plant Biodiesel dari Waste Cooking Oil**” dan melakukan penelitian untuk tugas akhir yang berjudul “**Pembuatan Biodiesel dari Mikroalga *Chlorella sp.* dengan Metode Microwave-assisted Transesterification secara In Situ**” dibawah bimbingan Ibu Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T.

Contact person

HP : 085748541030

Email : yaniwaode@gmail.com

Alamat : Jl.Sultan Hasanuddin No.28, Bau-Bau,
Provinsi Sulawesi Tenggara